

PRÜFUNG

DER

CHEMISCHEN REAGENZIEN AUF REINHEIT

VON

E. MERCK.

DRITTE AUFLAGE

DARMSTADT 1922

436

Vorwort zur dritten Auflage.

Die Vorschriften für die Prüfung der chemischen Reagenzien auf Reinheit, welche die Grundlage bilden, auf die sich die Garantieleistung beim Verkauf meiner Präparate für analytische Zwecke bezieht, erscheinen hiermit in dritter Auflage. Durch den Krieg und die Verhältnisse in der Folgezeit hat sich das Erscheinen der neuen Auflage dieses schon seit Jahren vergriffenen Buches sehr verzögert.

Die vorliegende Bearbeitung hat gegenüber der zweiten Auflage in verschiedener Hinsicht eine wesentliche Erweiterung erfahren. In vielen Fällen wurden die bereits vorhandenen Prüfungsvorschriften ergänzt und nicht selten, den gesteigerten Anforderungen der analytischen Praxis Rechnung tragend, verschärft. Eine Anzahl von Präparaten wurde neu aufgenommen, von denen Acetylchlorid, Benzoesäure, Benzildioxim, Blei silberfrei, Borsäure nach Sörensen, Cadmiumacetat, Natriumhydrosulfit, Natriumwismutat, Sulfosalicylsäure und Wismutperoxyd erwähnt sein sollen.

Die zweite Auflage der Prüfungsvorschriften hatte im Jahre 1912 den Mitgliedern der Internationalen Analysen-Kommission als Grundlage gedient bei der Bearbeitung der Aufgabe, Einzelvorschriften zur Prüfung der Reagenzien auszuarbeiten bzw. zu vereinbaren. Von den Teilnehmern an dieser Beratung sind verschiedene Anregungen gegeben und Wünsche geäußert worden, die bei der Neubearbeitung in fast allen wesentlichen Punkten Berücksichtigung gefunden haben und für die den Kommissionsmitgliedern an dieser Stelle der beste Dank ausgesprochen wird. Ich darf zugleich bitten, mir auch fernerhin Vorschläge, die weitere Ausgestaltung der Prüfungsvorschriften betreffend, zu übermitteln.

Das Buch hat gegenüber den früheren Auflagen auch insofern eine Änderung aufzuweisen, als die Präparate in der alphabetischen Reihenfolge nach ihren deutschen Namen aufgeführt werden. Ich glaube damit den Wünschen mancher Chemiker entsprochen zu haben. Das Auffinden der Präparate nach der lateinischen Nomenklatur wird durch das Sachregister leicht ermöglicht.

Im Folgenden sollen einige Bemerkungen allgemeiner Natur zu den Prüfungsvorschriften mitgeteilt werden.

Die Atom-Gewichte, mit welchen die Molekular-Gewichte und Faktoren berechnet wurden, sind der Tabelle der „Praktischen Atom-

gewichte" der „Deutschen Atomgewichtskommission" für das Jahr 1921 entnommen. Diese Tabelle ist auf Seite 367 zum Abdruck gebracht.

Allen Temperaturangaben liegt das 100teilige Thermometer zugrunde.

Die Angaben über die spezifischen Gewichte beziehen sich auf die Temperatur von + 15°, bezogen auf Wasser von + 15°. Wenn ein spez. Gewicht nur mit 2 Dezimalen angegeben ist, so wird dadurch zum Ausdruck gebracht, daß Schwankungen in der 3. Dezimale zulässig sind.

Die Löslichkeitsangaben beziehen sich auf eine Temperatur von ungefähr 18°.

Als unwägbar ist eine Substanzmenge von weniger als 0.0005 g anzusehen. Für alle Rückstandsbestimmungen sind aschenfreie Filter zu verwenden.

Wenn von Teilen gesprochen wird, so sind Gewichtsteile zu verstehen. 1:20 heißt 1 g in 20 g.

Bei der Prüfung der Präparate auf Chloridjonen werden häufig die Ausdrücke schwache Opaleszenz, Opaleszenz und opalisierende Trübung gebraucht, die in folgender Weise näher präzisiert werden sollen. Zum Vergleich bedient man sich einer Stammlösung, welche 0.1 g Natriumchlorid in 1000 ccm Wasser enthält.

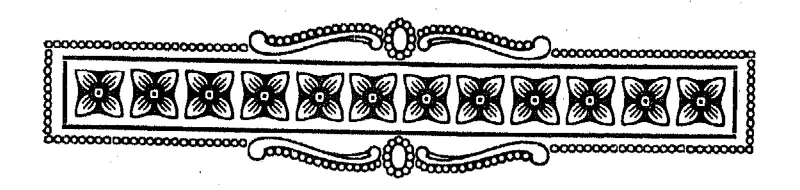
> Schwache Opaleszenz wird erhalten, wenn 1 ccm dieser Stammlösung mit 19 ccm Wasser verdünnt und nach Zusatz von 1 ccm Salpetersäure mit 5 Tropfen Silbernitratlösung versetzt wird. Nach Ablauf einer Minute wird beurteilt.
>
> Opaleszenz wird erhalten, wenn man 3 ccm der Stammlösung und 17 ccm Wasser mit 1 ccm Salpetersäure und 5 Tropfen Silbernitratlösung versetzt.
>
> Opalisierende Trübung wird erhalten, wenn man 6 ccm der Stammlösung und 14 ccm Wasser mit 1 ccm Salpetersäure und 5 Tropfen Silbernitratlösung versetzt.

Die Lösungen fester Reagenzien, welche zur Ausführung der Prüfungen zu verwenden sind, werden, wenn nicht durch besondere Angaben eine bestimmte Konzentration vorgeschrieben ist, durch Auflösen von 1 g in 20 ccm Wasser hergestellt.

Für viele Präparate ist zur Prüfung auf Arsen der Marsh'sche Apparat vorgeschrieben. Bezüglich der Ausführung verweise ich auf die eingehende Arbeit von C. Lockemann „Über den Arsen-Nachweis mit dem Marsh'schen Apparat" in der Zeitschrift für angewandte Chemie 1905, Seite 146.

Darmstadt, im Juli 1922.

E. Merck.



Aceton.
Acetonum.

$CH_3 \cdot CO \cdot CH_3$. Molekulargewicht 58.05.

Klare, farblose Flüssigkeit, die bei 55—56° siedet. Spez. Gew. 0.798. Aceton löst sich in jedem Verhältnis in Wasser, Alkohol, Äther und Chloroform.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   25 ccm Aceton dürfen nach dem Verdampfen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Anwesenheit von Säuren.

   Aceton darf blaues Lackmuspapier nicht röten.

3. Prüfung auf in Wasser unlösliche Verunreinigungen.

   Aceton soll sich mit gleichen Raumteilen Wasser klar mischen.

4. Prüfung auf Aldehyde.

   In einem Glasstöpselcylinder werden 10 ccm Aceton mit 10 ccm Wasser verdünnt und mit 2 ccm ammoniakalischer Silberlösung*) versetzt; die Flüssigkeit darf beim Stehen im Dunkeln während einer halben Stunde höchstens eine schwach bräunliche Farbe annehmen.

---

*) Die ammoniakalische Silberlösung wird hergestellt aus 3 g Silbernitrat, 3 g Natriumhydroxyd, 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) und 80 ccm Wasser.

5. Prüfung auf Methylalkohol.

Die Lösung von 1 ccm Aceton in 5 ccm Wasser wird in einem weiten Reagenzglase mit 2.5 ccm 2%iger Kaliumpermanganatlösung und 0.2 ccm konzentrierter Schwefelsäure gemischt und nach 3 Minuten mit 0.5 ccm gesättigter Oxalsäurelösung geschüttelt. Sodann werden 1 ccm konzentrierte Schwefelsäure und 5 ccm Schiffsches Reagenz*) zugefügt. Innerhalb 3 Stunden darf Blau- oder Violettfärbung nicht eintreten.

6. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Stoffe**).

Versetzt man 10 ccm Aceton mit 1 Tropfen Kaliumpermanganatlösung (1 : 1000), so soll die Rotfärbung bei einer Temperatur von ca. 18° innerhalb 15 Minuten nicht vollständig verschwinden.

7. Prüfung auf Wasser.

Beim Mischen von Aceton mit 4 Raumteilen Petroleum dürfen sich keine Schichten bilden.

8. Prüfung auf Ester (Acetonersatz).

Eine Mischung von 20 ccm Aceton, 30 ccm Wasser und 10 ccm Normal-Kalilauge wird eine Stunde lang im Wasserbade am Rückflußkühler erhitzt und hierauf mit Normal-Salzsäure titriert (Phenolphthaleïn als Indikator). Die erforderliche Säuremenge soll der angewendeten Laugenmenge entsprechen.

---

*) Eine mit Schwefeldioxyd entfärbte, wässerige Lösung von 0.25 g Fuchsin in 1 Liter Wasser. Ein Überschuß von Schwefeldioxyd ist zu vermeiden.

**) Aceton verändert sich unter dem Einfluß des Lichtes, nimmt allmählich eine gelbe Farbe an und ist dann nicht mehr indifferent gegen Kaliumpermanganat (Chem.-Ztg. 1910, S. 735).

9. Gehaltsbestimmung.

Etwa 4 g Aceton werden in einem Kölbchen mit Glasstöpsel, welches 20—30 ccm Wasser enthält, genau abgewogen. Die Lösung wird in einen Meßkolben von 1000 ccm Inhalt übergespült und mit Wasser bis zur Marke verdünnt. 10 ccm dieser Lösung werden in einer Glasstöpselflasche von 250 ccm Inhalt mit 50 ccm Normal-Kalilauge und 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung versetzt. Die Mischung bleibt unter häufigem Umschütteln eine halbe Stunde stehen. Nach Zusatz von 50 ccm Normal-Salzsäure wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator titriert. Nebenbei wird ein etwaiger Jodverbrauch der Reagenzien durch einen blinden Versuch mit den gleichen Mengen der Reagenzien ermittelt.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0009675 g Aceton*), log. 98565.

Acetylchlorid

(phosphorfrei).

Acetylum chloratum.

$CH_3 \cdot COCl$. Molekulargewicht 78.48.

Farblose, stechend riechende, an feuchter Luft rauchende Flüssigkeit, welche sich in Eisessig, Aceton, Benzol, Chloroform und Äther löst. Mit Wasser und Alkohol reagiert Acetylchlorid heftig. Spez. Gew. 1.112—1.115. Siedepunkt 51°. Innerhalb zweier Grade sollen mindestens 95% überdestillieren.

*) $CH_3\ CO\ CH_3 + 6J + 4\ Na\ OH = CHJ_3 + CH_3\ COONa + 3\ NaJ + 3\ H_2\ O$.

1. Prüfung auf in Wasser unlösliche Verunreinigungen.

   Werden 5 ccm Acetylchlorid mit ca. 3 ccm Wasser zersetzt (zweckmäßig in einem Meßcylinder von 50 ccm Inhalt, auf welchen ein Trichter aufgesetzt wurde) und nach der Reaktion mit Wasser zu 20 ccm aufgefüllt, so soll eine vollständig klare Lösung erhalten werden.

2. Prüfung auf phosphorige Säure.

   Werden 10 ccm der bei Prüfung 1 erhaltenen Lösung nach Zusatz von 5 ccm Quecksilberchloridlösung (1:20) ca. 2 Minuten lang gekocht, so darf weder Trübung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

3. Prüfung auf Phosphorsäure.

   10 ccm der bei der Prüfung 1 erhaltenen Lösung werden mit Ammoniaklösung (0.96) bis zur alkalischen Reaktion versetzt, dann mit verdünnter Salpetersäure schwach angesäuert und mit Ammoniummolybdatlösung versetzt; es darf innerhalb einer Stunde keine Abscheidung eines gelben Niederschlages eintreten.

4. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm Acetylchlorid dürfen nach dem Verdampfen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

5. Gehaltsbestimmung.

   In ein Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt, welches ca. 30 ccm Wasser enthält und gewogen worden ist, läßt man ungefähr 1 g Acetylchlorid eintropfen, schüttelt gut um, wägt nach dem Erkalten und füllt mit Wasser bis zur Marke auf.

   a) 20 ccm dieser Lösung werden unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert.

      1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.007848 g Acetylchlorid, log. 89476.

b) 20 ccm der Lösung werden nach Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure, 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung und 2 ccm einer kalt gesättigten Ferriammoniumsulfatlösung mit $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.007848 g Acetylchlorid, log. 89476.

Der Verbrauch an $^1/_5$ Normal-Kalilauge soll gleich sein dem an $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung.

Äthyläther. Äther.
Aether sulfuricus.

$C_2H_5 \cdot O \cdot C_2H_5$. Molekulargewicht 74.08.

Klare, farblose, leicht bewegliche Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 0.720*). Siedepunkt bei 760 mm 34—35°**). Äther soll mit Wasser befeuchtetes, blaues Lackmuspapier nicht röten. Filtrierpapier, mit Äther getränkt, soll nach dem Verdunsten des letzteren nicht mehr riechen.

1. Prüfung auf Rückstand.

20 ccm Äther läßt man in einer, mit einem Trichter bedeckten Glasschale bei Zimmertemperatur verdunsten; der verbleibende Beschlag soll geruchlos sein, darf blaues Lackmuspapier weder röten noch entfärben und soll beim Erwärmen auf dem Wasserbade völlig flüchtig sein.

*) Es ist zu beachten, daß Äther begierig Wasserdampf aus der Luft aufnimmt, wodurch Erhöhung des spezifischen Gewichtes eintritt.

**) Die Bestimmung des Siedepunktes ist in dem von G. Frerichs angegebenen Apparat (Apoth.-Ztg. 28. Jahrg. 1913, S. 628), welcher von der Firma Gerhardt in Bonn bezogen werden kann, auszuführen.

2. Prüfung auf Wasser.

Schüttelt man 20 ccm Äther in einer verschlossenen Flasche mit 1 g entwässertem Kupfersulfat, so soll sich letzteres nicht grün oder blau färben.

3. Prüfung auf Aldehyd und Vinylalkohol.

Werden 20 ccm Äther mit 5 ccm Neßlers Reagenz in einem Glasstöpselglase ungefähr eine Minute lang geschüttelt, so darf Abscheidung eines rotbraunen, bald schwarz werdenden Niederschlages nicht eintreten.

4. Prüfung auf Äthylperoxyd, Wasserstoffsuperoxyd, Ozon.

Werden 10 ccm Äther mit 1 ccm wässeriger Kaliumjodidlösung (1:10) in einem völlig gefüllten, verschlossenen Glasstöpselglase häufig geschüttelt, so darf bei Lichtabschluß innerhalb 1 Stunde weder der Äther noch die Kaliumjodidlösung eine Färbung angenommen haben.

5. Prüfung auf Aceton.

Wird ein Gemisch von 6 ccm Barytwasser und 6 Tropfen Quecksilberchloridlösung (1:20) mit 20 ccm Äther eine Minute lang geschüttelt und nach Trennung der beiden Schichten die wässerige Flüssigkeit filtriert, so darf das klare Filtrat nach Zusatz von Schwefelammoniumlösung innerhalb 10 Minuten keine dunkle Farbe annehmen.

6. Prüfung auf Schwefelverbindungen.

Schüttelt man 20 ccm Äther mit 1 Tropfen Quecksilber in einem Glasstöpselglase 2 Minuten lang, so darf sich die blanke Oberfläche des Metalles nicht verändern, und keine schwarze Abscheidung erfolgen.

Äther,
wasserfrei, über Natrium destilliert.

Außer den oben angegebenen Proben muß dieses Präparat noch folgende Prüfung aushalten:

Versetzt man 15 ccm Äther in einem trockenen Glasstöpselglase mit einem erbsengroßen Stück von frisch geschnittenem Natrium, so soll nur eine geringe Gasentwicklung eintreten; die blanken Schnittflächen des Natriums dürfen innerhalb 6 Stunden ihren Glanz nicht völlig verlieren.

Äthylalkohol (absoluter).
Alcohol absolutus.

$C_2H_5 \cdot OH$. Molekulargewicht 46.05.

Klare, farblose Flüssigkeit, die bei 78° siedet. Das spezifische Gewicht darf höchstens 0.797 betragen, entsprechend einem Minimalgehalte von 99.46 Vol.-Prozent und 99.11 Gew.-Prozent wasserfreiem Alkohol.

Alkohol darf Lackmuspapier nicht verändern.

1. Prüfung auf Rückstand.

   50 ccm Alkohol dürfen nach langsamem Verdunsten keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Fuselöl.

   Verreibt man einige Tropfen Alkohol zwischen den Händen, so soll sich kein unangenehmer Geruch bemerkbar machen.

   Mischt man 10 ccm Alkohol und 30 ccm Wasser in einem Erlenmeyer-Kölbchen, so darf keine Trübung oder Färbung und kein fremdartiger Geruch bemerkbar sein.

   Dampft man eine Mischung aus 10 ccm Alkohol und 0.2 ccm Kalilauge (15%) auf 1 ccm ein und

übersättigt dann mit verdünnter Schwefelsäure, so darf kein Geruch nach Fuselöl auftreten.

Werden 5 ccm Alkohol mit 5 ccm Wasser verdünnt, mit 25—30 Tropfen einer alkoholischen Salicylaldehydlösung (1 : 100) und mit 20 ccm konzentrierter Schwefelsäure versetzt, so darf die Mischung nach dem Erkalten keine rötliche oder granatrote Färbung zeigen*).

3. Prüfung auf Aldehyd**).

Eine Mischung von 10 ccm Alkohol, 10 ccm Wasser und 2 ccm ammoniakalischer Silberlösung***) darf sich bei Lichtabschluß innerhalb 15 Stunden weder färben noch trüben.

4. Prüfung auf Aceton.

Wird ein Gemisch von 6 ccm Barytwasser und 6 Tropfen Quecksilberchloridlösung (1 : 20) mit 2 ccm Alkohol 1 Minute lang geschüttelt und filtriert, so darf das klare Filtrat nach Zusatz von Schwefelammoniumlösung eine dunkle Farbe nicht annehmen.

5 ccm Alkohol werden in einem 50 ccm fassenden Kölbchen, welches mit einem zweimal rechtwinklig gebogenen, ungefähr 75 ccm langen Glasrohr und einer Vorlage verbunden ist, mit kleiner Flamme vorsichtig erhitzt, bis etwa 1 ccm Destillat übergegangen ist. Auf Zusatz der gleichen Menge Natronlauge und 5 Tropfen Nitroprussidnatrium-

*) Bei Verwendung von fuselölfreiem Alkohol ist die Mischung nach dem Erkalten citronengelb gefärbt. Bei Anwesenheit minimaler Spuren von Isoamylalkohol zeigt die Flüssigkeit im durchfallenden Lichte gelbe und im reflektierten Lichte rötliche Farbe. (Komarowsky's Reaktion, Chem.-Ztg. 27. Jahrg. 1903, S. 807 und 1087.)

**) Über die kolorimetrische Bestimmung von Acetaldehyd in Alkohol mit schwefligsaurer Fuchsinlösung siehe Paul, Zeitschr. für analyt. Ch., 35. Jahrg. 1896, S. 648.

***) Die ammoniakalische Silberlösung wird hergestellt durch Mischen von 10 ccm Silbernitratlösung (1:20) mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96).

lösung darf eine Rotfärbung, die nach vorsichtigem Übersättigen der Flüssigkeit mit Essigsäure in Violett übergeht, nicht auftreten.

5. Prüfung auf Furfurol.

Eine Mischung von 10 ccm Alkohol, 1 Tropfen Anilin und 5 Tropfen verdünnter Essigsäure (1.040 – 1.042) darf innerhalb 1 Stunde keine rote Farbe annehmen.

6. Prüfung auf Kaliumpermanganat reduzierende Verunreinigungen.

Die rote Färbung einer Mischung von 10 ccm Alkohol und 1 Tropfen Kaliumpermanganatlösung (1 : 1000) darf innerhalb 10 Minuten bei ca. 20° nicht in Gelb übergehen.

7. Prüfung auf Melasse-Spiritus.

Überschichtet man 5 ccm konzentrierte Schwefelsäure mit 5 ccm Alkohol, so darf an der Berührungsstelle der beiden Flüssigkeiten innerhalb 1 Stunde keine rosarote Zone entstehen.

8. Prüfung auf Metalle und Gerbstoff.

Versetzt man 10 ccm Alkohol mit 1 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder mit 5 ccm Schwefelwasserstoffwasser, so darf keine Färbung eintreten.

9. Prüfung auf Methylalkohol*).

Man destilliert von 10 ccm Alkohol in der unter 4. beschriebenen Weise sehr vorsichtig in etwa 4—5 Minuten mit kleiner Flamme 1 ccm ab. Das Destillat wird mit 4 ccm Schwefelsäure (20%) gemischt und unter guter Kühlung und stetem

*) Über die Bestimmung des Methylalkohols neben Äthylalkohol siehe Thorpe and Holmes, Journ. of the Chemical Society 1904, vol. L. XXXV. part. I. pag. 1, ferner W. König, Chem.-Ztg., 36. Jahrg. 1912, S. 1025, und J. Meyerfeld, Chem.-Ztg. 37. Jahrg. 1913, S. 649. Fendler und Mannich, Z. f. analyt. Ch., 48. Jahrg. 1909, S. 310; Z. f. angew. Ch., 18. Jahrg. 1905, S. 1607; Z. f. U. d. N. u. G. 1911, Gesetze und Verordnungen S. 360.

Umschütteln nach und nach mit 1 g fein zerriebenem Kaliumpermanganat versetzt. Sobald die Violettfärbung verschwunden ist, wird durch ein kleines trockenes Filter filtriert und das meist schwach rötlich gefärbte Filtrat einige Sekunden lang gelinde erwärmt, bis es farblos geworden ist. Nach dem Erkalten mischt man 1 ccm des farblosen Filtrates vorsichtig unter Kühlung mit 5 ccm Schwefelsäure (1.84) und versetzt das abgekühlte Gemisch mit 2.5 ccm einer frisch bereiteten Lösung von 0.2 g Morphinhydrochlorid in 10 ccm Schwefelsäure (1.84). Nach dem Mischen mit dem Glasstabe darf bei Zimmertemperatur innerhalb 20 Minuten keine violette oder dunkelviolettrote Färbung wahrnehmbar sein. Eine gelbliche oder bräunliche Färbung bleibt unberücksichtigt.

Äthylalkohol, ca. 96 Vol.-Proz. (Feinsprit).

Das spezifische Gewicht des Feinsprits beträgt höchstens 0.811, entsprechend einem Minimalgehalte von 94.38 Gew.-Prozent und 96.37 Vol.-Prozent wasserfreiem Alkohol.

Im übrigen entspreche Feinsprit den bei absolutem Äthylalkohol gegebenen Anforderungen.

Äthylalkohol, ca. 90 Vol.-Proz.

Alkohol vom spezifischen Gewicht 0.830—0.834 enthält 87.35—85.80 Gew.-Prozent und 91.29—90.09 Vol.-Prozent wasserfreien Alkohol.

In bezug auf Reinheit entspreche dieser Alkohol den bei absolutem Äthylalkohol gegebenen Anforderungen.

Aluminiumoxyd (Fasertonerde) für quantitative Adsorptionsanalyse (Gerbstoff- und Farbstoffbestimmung) nach H. Wislicenus*).

Al_2O_3. Molekulargewicht 102.2.

Weißes, äußerst lockeres, hygroskopisches Pulver**). Raumgewicht 0.2 – 0.3. Unter dem Mikroskop (bei ca. 30 – 60facher Vergrößerung) erscheint das Pulver in Form von zerrissenen, zum Teil durchscheinenden, flockigen Massen, manchmal mit deutlich erkennbaren Faserbruchstücken, ähnlich vegetabilischen Gewebsteilen.

1. Prüfung auf metallisches Quecksilber und Aluminium.

Das Präparat nimmt, wenn es durch Aluminium oder Quecksilber verunreinigt ist, beim Befeuchten mit Wasser oder Alkohol eine graue Farbe an, bleibt hingegen weiß, wenn es rein ist. Unter dem Mikroskop sollen Quecksilberkügelchen oder Aluminiummetallkörnchen nicht sichtbar sein.

1. Prüfung auf Adsorptionsfähigkeit für Gerbstoffe und Farbstoffe.

1 g durch Erhitzen frisch getrocknetes**) Aluminiumoxyd wird in einem mit Gummistopfen verschlossenen Kölbchen mit 200 ccm einer Lösung von 4.5 g reinstem, wasserhaltigen, — entsprechend

---

*) Literatur: H. Wislicenus, Gerbstoffbestimmung ohne Hautpulver. Z. f. angew. Ch. 1904, S. 801; Z. f. analyt. Ch. 1905, S. 96; Zeitschrift für Chemie und Industrie der Kolloide, Band II. 2. Supplementheft, S. XI; H. Wislicenus und W. Muth, „Collegium", Organ des Int. Ver. der Lederindustrie-Chemiker, 1907 Nro. 255/6, S. 157 – 168.

**) Das Präparat ist stets vor dem Gebrauch für quantitative Adsorptionsanalyse über freier Flamme bis höchstens zu beginnender Rotglut des Tiegel- oder Schalenbodens zu erhitzen. Durch starkes längeres Glühen wird die Adsorptionsfähigkeit herabgesetzt. Beim Erhitzen in etwas dickerer Schicht muß das Pulver in „siedende" Bewegung geraten und, bevor es zur Ruhe gelangt, das sogenannte Kratern zeigen.

3.9 g wasserfreiem Tannin bzw. ebensoviel gereinigtem Congorot (frei von Natriumchlorid und Natriumsulfat) in 1000 ccm Wasser 5 Minuten lang kräftig durchgeschüttelt, dann sofort 5 Minuten auf dem Wasserbade erwärmt und durch ein Filter von 9 cm Durchmesser unter Verwerfung der ersten 10 ccm filtriert. 50 ccm des Filtrats werden in einer gewogenen Philip'schen Nickelschale*) eingedampft, der Abdampfrückstand im Wasserbadtrockenschrank (Möslinger-Schrank) 4 Stunden lang getrocknet und nach weiterem $1^1/_2$stündigem Erkalten im Exsikkator in geschlossener Schale gewogen.

Ferner ermittelt man in gleicher Weise den Gesamt-Trockenrückstand von 50 ccm der ursprünglichen Tannin- oder Farbstofflösung.

Berechnet man die Trockenrückstände für 200 ccm Lösung, und zieht dann von dem Gesamt-Trockenrückstand den Rückstand der mit Tonerde behandelten Lösung ab, so soll sich ergeben, daß von 1 g Tonerde 0.40 – 0.50 g Tannin oder 0.035 – 0.045 g Congorot adsorbiert worden sind.

Ammoniaklösung.
Liquor Ammonii caustici.

NH_3 in Wasser. Molekulargewicht des Ammoniaks 17.03.

Die Lösung des Ammoniakgases in Wasser stellt eine klare, farblose Flüssigkeit dar, deren spezifisches Gewicht mit steigendem Gehalt an Ammoniak abnimmt. Für analytische Zwecke hält man zumeist zwei Lösungen verschiedener Konzentration bereit, von denen die eine ein spezifisches Gewicht von ca. 0.925 besitzt und ca.

---

*) Reinnickelschalen von 8,5 cm Durchmesser mit 2,5 cm hohen vertikalen Wänden und gefalztem, gut schließendem Deckel. Die Geräte können von der Firma Arthur Meißner, Freiberg i. Sa. bezogen werden.

20 % Ammoniak enthält, während die andere bei einem Gehalt von 10 % ein spezifisches Gewicht von 0.96 zeigt.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm (0.925) dürfen nach dem Verdampfen auf dem Wasserbade keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid.

10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm (0.925), mit 30 ccm Wasser verdünnt, sollen nach dem Übersättigen mit 15 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) auf Zusatz von Silbernitratlösung keine Veränderung erleiden.

3. Prüfung auf Sulfat.

Man versetzt 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm (0.925) mit Essigsäure bis zur sauren Reaktion, erhitzt zum Sieden und fügt Baryumchloridlösung hinzu; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

4. Prüfung auf Carbonat.

Eine Mischung von 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 10 ccm (0.925) und 20 ccm Kalkwasser darf nach einstündigem Stehen höchstens sehr schwache Trübung zeigen.

5. Prüfung auf Phosphat.

20 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 10 ccm (0.925) werden mit 40 ccm Salpetersäure (1.150 bis 1.152) und 25 ccm Ammoniummolybdatlösung versetzt; nach 2stündigem Stehen bei ca. 40° darf Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht erfolgt sein.

6. Prüfung auf Schwefelwasserstoff.

Werden 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm (0.925) mit mehreren Tropfen einer am-

moniakalischen Bleiacetatlösung versetzt, so darf die Flüssigkeit weder eine gelbe oder braune Farbe annehmen, noch darf Abscheidung eines dunkelgefärbten Niederschlages eintreten.

7. Prüfung auf Magnesia.

20 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 10 ccm (0.925) dürfen nach Zusatz von Ammoniumphosphatlösung und nach 2stündigem Stehen Abscheidung eines Niederschlages nicht zeigen.

8. Prüfung auf Kalk.

Eine Mischung von 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm Ammoniaklösung (0.925) mit 20 ccm Wasser darf durch Zusatz von Ammoniumoxalatlösung nicht verändert werden.

9. Prüfung auf Schwermetalle.

Werden 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 2.5 ccm Ammoniaklösung (0.925) mit 20 ccm Wasser verdünnt und sodann mit einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung versetzt, so darf keine Veränderung eintreten.

10. Prüfung auf empyreumatische Stoffe.

10 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 5 ccm Ammoniaklösung (0.925) dürfen nach Zusatz von 20 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) keine Färbung zeigen; dampft man diese Mischung auf dem Wasserbade ein, so soll der Abdampfrückstand eine rein weiße Farbe haben.

11. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Verunreinigungen.

Wird eine Mischung von 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) oder 10 ccm (0.925) und 40 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110 – 1.114) mit 2 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung versetzt und 5 Minuten lang gekocht, so darf die Rosafärbung nicht verschwinden.

12. Bestimmung des Gehaltes an Ammoniak.

5 g Ammoniaklösung (0.96) oder 2.5 g (0.925) werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 29.2 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.01703 g Ammoniak, log. 23121.

Ammoniumacetat*).
Ammonium aceticum.

Weiße, hygroskopische Kristallmasse, welche in Wasser und Alkohol leicht löslich ist.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

3 g Ammoniumacetat sollen nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Ammoniumacetat in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

Versetzt man eine Lösung von 1 g Ammoniumacetat in 20 ccm Wasser mit 1 ccm Salzsäure und Baryumchloridlösung, so darf nach 15stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

---

*) Ammoniumacetat hat die Eigenschaft, leicht Ammoniak abzugeben und in das saure Salz $(CH_3 \cdot COONH_4) \cdot (CH_3 \cdot COOH)$ überzugehen. Es wurde aus diesem Grunde von der Angabe einer Formel abgesehen.

4. Prüfung auf Schwermetalle und Erden.

Die Lösung von 5 g Ammoniumacetat in 100 ccm Wasser soll durch Schwefelwasserstoffwasser keine Veränderung erleiden. Ferner soll nach Zusatz von Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung weder eine Färbung noch eine Trübung eintreten.

Ammoniumcarbonat.
Ammonium carbonicum.

Ammoniumcarbonat ist keine einheitliche Verbindung, sondern ein Gemenge wechselnder Mengen von Ammoniumbicarbonat, $(NH_4)HCO_3$ Mol.-Gew. 79.05, und Ammoniumcarbamat $(NH_4)CO_2(NH_2)$ Mol.-Gew. 78.06.

Weiße, durchscheinende, an der Luft leicht sich zersetzende und undurchsichtig werdende, nach Ammoniak riechende Kristallmasse. Ammoniumcarbonat löst sich in 5 Teilen Wasser.

Ammoniakgehalt mindestens 21 %.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

5 g Ammoniumcarbonat sollen nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Sulfat.

Eine Lösung von 5 g Ammoniumcarbonat in 100 ccm Wasser und 15 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) wird zum Sieden erhitzt und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf Chlorid und Thiosulfat.

Die Lösung von 2 g Ammoniumcarbonat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 10 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) durch Silbernitratlösung keine Veränderung erleiden.

4. Prüfung auf Phosphat.

Die Lösung von 2 g Ammoniumcarbonat in 20 ccm Wasser und 10 ccm Salpetersäure (1.150 bis 1.152) darf nach Zusatz von 20 ccm Ammoniummolybdatlösung innerhalb 15 Stunden bei ca. 40° Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht zeigen.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 2 g Ammoniumcarbonat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung weder eine grüne noch braune Färbung annehmen.

Die Lösung von 2 g Ammoniumcarbonat in 20 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Kalk.

Die Lösung von 2 g Ammoniumcarbonat in 20 ccm Wasser und 10 ccm Essigsäure (1.040 – 1.042) soll nach Zusatz von Ammoniumoxalatlösung innerhalb 10 Minuten klar bleiben.

7. Prüfung auf Ammoniumrhodanid.

Die Lösung von 1 g Ammoniumcarbonat in 20 ccm Wasser und 3 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) darf nach Zusatz von 1 Tropfen Eisenchloridlösung keine rote Färbung annehmen.

8. Prüfung auf Teerbasen (Anilin usw.).

Wird eine Lösung von 1 g Ammoniumcarbonat in 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) auf dem Wasserbade zur Trockene verdampft, so soll der Abdampfrückstand eine rein weiße Farbe zeigen.

9. Quantitative Bestimmung.

Eine Lösung von 2 g Ammoniumcarbonat*) in 50 ccm Wasser und 50 ccm Normal-Salzsäure wird

*) Für die Gehaltsbestimmung sind durchscheinende, unzersetzte Stücke zu verwenden.

unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert. Bis zum Farbenumschlag sollen nicht mehr als 25.3 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0,01703 g Ammoniak, log. 23121.

Ammoniumchlorid.
Ammonium chloratum.

NH_4Cl. Molekulargewicht 53.50.

Weißes, kristallinisches Pulver, welches sich in 3 Teilen Wasser und in 60 Teilen Alkohol löst.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

5 g Ammoniumchlorid sollen nach schwachem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Phosphat und Arseniat.

Die Lösung von 5 g Ammoniumchlorid in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 3 ccm Magnesiamischung*) und 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung zeigen.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 5 g Ammoniumchlorid in 100 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 2 g Ammoniumchlorid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von Ammoniaklösung klar bleiben und darf nach dem Hinzufügen von Schwefel-

---

*) Siehe Anmerkung bei Bromwasserstoffsäure.

ammoniumlösung weder eine grüne noch braune Färbung annehmen.

Die Lösung von 2 g Ammoniumchlorid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Kalk.

Die Lösung von 2 g Ammoniumchlorid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 1 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung innerhalb 10 Minuten klar bleiben.

6. Prüfung auf Ammoniumrhodanid.

Die Lösung von 1 g Ammoniumchlorid in 20 ccm Wasser und 2 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) darf nach Zusatz von 1 Tropfen Eisenchloridlösung keine rote Färbung annehmen.

7. Prüfung auf Teerbasen (Anilin usw.).

Wird eine Lösung von 1 g Ammoniumchlorid in 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) im Wasserbade zur Trockene verdampft, so muß der Abdampfrückstand eine rein weiße Farbe zeigen.

8. Prüfung auf Pyridin.

Man mischt 1 g Ammoniumchlorid mit 2 g gepulvertem Borax; dabei darf höchstens ein schwacher empyreumatischer Geruch auftreten.

Ammoniumchlorid, sublimiert
in nußgroßen Stücken zur Chlorwasserstoffentwicklung.
Ammonium chloratum sublimatum.

NH_4Cl. Molekulargewicht 53.50.

Farblose oder weiße, strahlig kristallinische Stücke, welche in Wasser sehr leicht löslich sind.

1. Prüfung auf Sulfid und Sulfit.

Die mit einigen Tropfen Stärkelösung versetzte Lösung von 5 g Ammoniumchlorid in 50 ccm Wasser soll durch einen Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung blau gefärbt werden.

2. Prüfung auf Carbonat.

Beim Schütteln einer Lösung von 5 g Ammoniumchlorid in 15 ccm Wasser mit Salzsäure dürfen keine Gasblasen entweichen.

3. Prüfung auf Arsen.

Eine Mischung von 1 g gepulvertem Ammoniumchlorid und 3 ccm Zinnchlorürlösuug darf sich innerhalb 1 Stunde nicht dunkler färben.

4. Prüfung auf Teerbasen.

Wird eine Lösung von 1 g Ammoniumchlorid in 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) im Wasserbade zur Trockne verdampft, so soll der Abdampfrückstand eine rein weiße Farbe zeigen.

Ammoniumchromat.
Ammonium chromicum neutrale cryst.

$(NH_4)_2CrO_4$. Molekulargewicht 152.08.

Gelbe Nadeln, welche sich in 5 Teilen kaltem Wasser lösen.

1. Prüfung auf Alkalien.

Die Lösung von 2 g Ammoniumchromat in 100 ccm Wasser wird zwecks Abscheidung der Chromsäure mit 50 ccm Bleiacetatlösung*) (1:10) versetzt und filtriert. Im Filtrat wird der Überschuß an Blei durch Schwefelwasserstoff gefällt; die Flüssigkeit wird

*) Es ist reinstes Bleiacetat zu verwenden.

filtriert, das Filtrat zur Trockene eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Der Glührückstand soll nicht mehr als 0.005 g betragen.

2. Prüfung auf Chlorid.

Man versetzt die Lösung von 1 g Ammoniumchromat in 20 ccm Wasser mit 10 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und erwärmt das Gemisch auf ca. 50°. Durch Zufügen von einigen Tropfen Silbernitratlösung darf innerhalb 5 Minuten keine Trübung oder Abscheidung eintreten.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Ammoniumchromat in 100 ccm Wasser wird mit 30 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und Baryumchloridlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

4. Prüfung auf Tonerde und Kalk.

Die Lösung von 2 g Ammoniumchromat in 30 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung innerhalb 15 Stunden keinen Niederschlag abscheiden.

5. Quantitative Bestimmung.

Man löst 2 g Ammoniumchromat in 200 ccm Wasser. 20 ccm dieser Lösung werden in einer Glasstöpselflasche von ca. 400 ccm Inhalt mit 2 g Kaliumjodid und 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110 – 1.114) versetzt und mit 350 ccm Wasser verdünnt. Das ausgeschiedene Jod wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.0050693 g Ammoniumchromat, log. 70495.

Ammoniumcitratlösung nach Märker*) zur Bestimmung der Phosphorsäure.

Die Herstellung dieser Lösung erfolgt auf folgende Weise:

Man löst 110 g Citronensäure in 400 g Ammoniaklösung (24%) und verdünnt diese Lösung mit Wasser auf 1000 ccm. Die zur Herstellung der Lösung verwendeten Präparate müssen den bei Citronensäure, bzw. bei Ammoniaklösung gestellten Anforderungen auf Reinheit entsprechen.

Ammoniumcitratlösung nach Petermann**) zur Bestimmung der Phosphorsäure.

Diese Lösung wird auf folgende Weise bereitet:

Man setzt zu einer Lösung von 173 g Citronensäure in 400 ccm Wasser soviel Ammoniaklösung langsam und unter Kühlung, daß auf ein Liter der fertigen Lösung 42.0 g Ammoniak-Stickstoff entfallen. Es sind hierzu 536.9 ccm Ammoniaklösung (0.96) von 15° erforderlich. Die Lösung wird darauf mit Wasser auf 1000 ccm verdünnt.

Spezifisches Gewicht 1.082—1.083.

Die zur Herstellung der Lösung verwendeten Präparate müssen den bei Citronensäure, bzw. bei Ammoniaklösung gestellten Anforderungen auf Reinheit entsprechen.

Bestimmung des Gehaltes an Ammoniak-Stickstoff.

10 g der Ammoniumcitratlösung in 100 ccm Wasser werden nach Zusatz von 30 ccm stickstoff-

---

*) Siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage, 1921, Band II, S. 1102.

**) Siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage, 1921, Band II, S. 1129.

freier Natronlauge (1.3) destilliert, bis etwa 50 ccm übergegangen sind. Das Destillat wird in einer Vorlage aufgefangen, welche 50 ccm Normal-Salzsäure enthält, und sodann unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.01401 g Stickstoff, log. 14644.

Ammoniumcitratlösung
Ammonium citricum solutum

nach Prof. P. Wagner, zur Bestimmung der in saurer Citratlösung löslichen Phosphorsäure in Thomasmehlen.

Klare, farblose Flüssigkeit, welche in 1 Liter 150 g reine, kristallisierte Citronensäure und 23 g Ammoniakstickstoff = 27.96 g Ammoniak enthält. Die Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

Prüfung auf den richtigen Gehalt an Ammoniakstickstoff.

25 ccm der Ammoniumcitratlösung werden mit Wasser auf 250 ccm verdünnt. 25 ccm dieser verdünnten Lösung werden nach Zusatz von 200 ccm Wasser und 3 g gebrannter Magnesia unter Vorlage von 40 ccm $^1/_2$ Normal-Schwefelsäure destilliert. Das Destillat wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_2$ Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm $^1/_2$ Normal-Schwefelsäure = 0.007004 g Stickstoff, log. 84535 oder = 0.008516 g Ammoniak, log. 93027.

Ammoniumdithiocarbonatlösung.
Ammonium dithiocarbonicum.
Ersatz für Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium.

$CO(SNH_4)_2$. Molekulargewicht 128.22.

Gelbe Flüssigkeit von ammoniakalischem Geruch, welche 10–12 % Ammoniumdithiocarbonat, etwa 8 % Ammoniumchlorid und kleine Mengen von Ammoniumrhodanid und Schwefelammonium enthält.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm Ammoniumdithiocarbonatlösung dürfen nach dem Eindampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Ammoniumcarbonat.

   Werden 10 ccm Ammoniumdithiocarbonatlösung mit 3 ccm Calciumchloridlösung versetzt, so darf auch nach dem Erwärmen keine Fällung eintreten.

Anmerkung. Über die Verwendung des Ammoniumdithiocarbonats siehe B. d. d. pharm. Ges. 1898, S. 232, oder Pharmaz. Zentralh. 1898, S. 692.

Ammoniumfluorid.
Ammonium fluoratum.

NH_4F. Molekulargewicht 37.04.

Weiße, in Wasser leicht lösliche Kristalle, deren wässerige Lösung infolge eines Gehaltes an $NH_4F.HF$ meist saure Reaktion zeigt.

Die Lösungen von Ammoniumfluorid für die folgenden Prüfungen sind in einer Platinschale herzustellen.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 g Ammoniumfluorid sollen nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid

Wird eine Lösung von 2 g Ammoniumfluorid in 20 ccm Wasser mit einigen Tropfen Salpetersäure (1.150—1.152) und Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens schwache Opaleszenz eintreten.

3. Prüfung auf Sulfat.

Versetzt man die Lösung von 5 g Ammoniumfluorid in 25 ccm Wasser und 25 ccm Salzsäure (1.124—1.126) mit Baryumchloridlösung, so darf keine Trübung eintreten.

4. Prüfung auf kieselfluorwasserstoffsaures Salz.

Man versetzt die Lösung von 5 g Ammoniumfluorid in 25 ccm Wasser mit 2 ccm einer gesättigten wässerigen Kaliumchloridlösung und 35 ccm Alkohol; es darf höchstens eine schwache Opaleszenz eintreten.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 2 g Ammoniumfluorid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion klar bleiben; nach dem Hinzufügen von einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf höchstens schwach grüne Färbung, keineswegs Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

Die Lösung von 2 g Ammoniumfluorid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Ammoniumbifluorid.

Man titriert die Lösung von 5 g Ammoniumfluorid in 50 ccm Wasser mit Normal-Kalilauge und Phenolphthaleïn als Indikator. Es sollen nicht mehr als 4.4 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.05705 g $NH_4F . HF$, log. 75626.

Ammoniummolybdat.
Molybdänsaures Ammonium.
Ammonium molybdaenicum.

$(NH_4)_6 Mo_7 O_{24} + 4 H_2 O$. Molekulargewicht 1236.32.

Große, farblose oder schwach grünlich schimmernde Kristalle, welche in Wasser sehr leicht löslich sind. Ammoniummolybdat geht beim Erhitzen unter Abgabe von Ammoniak und Wasser in Molybdänsäureanhydrid über.

1. Prüfung auf Phosphat.

   10 g Ammoniummolybdat sollen sich in 25 ccm Wasser und 20 ccm Ammoniaklösung (0.925) vollständig und klar lösen. Wird diese Lösung mit 150 ccm Salpetersäure (1.20) gemischt*), so darf innerhalb 15 Stunden bei ca. 40° Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht eintreten.

2. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Ammoniummolybdat in 10 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure*) (1.150 bis 1.152) darf durch Baryumnitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 2 g Ammoniummolybdat in 10 ccm Wasser und 10 ccm Salpetersäure*) (1.150 bis 1.152) darf nach Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

4. Prüfung auf Nitrat.

   Die Lösung von 1 g Ammoniummolybdat und einem Kriställchen Natriumchlorid in 10 ccm Wasser wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1 : 1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

---

*) Die Ammoniummolybdatlösung ist unter Umschwenken allmählich in die Salpetersäure zu geben und nicht umgekehrt!

5. Prüfung auf Schwermetalle.

Wird die Lösung von 2 g Ammoniummolybdat in 5 ccm Wasser und 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) mit einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung versetzt, so darf weder eine grüne Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

6. Gehaltsbestimmung.

Der Gehalt an Molybdänsäureanhydrid läßt sich durch schwaches Glühen von etwa 1 g bis zum Verschwinden des Ammoniakgeruches und Wägen des zurückgebliebenen Molybdänsäureanhydrids annähernd bestimmen; er betrage ca. 81 %.

Die genaue Bestimmung wird ausgeführt in der Weise, wie bei Molybdänsäure-Anhydrid reinst angegeben ist.

Ammoniumnitrat.
Ammonium nitricum.

$NH_4 NO_3$. Molekulargewicht 80.05.

Farblose, in Wasser sehr leicht lösliche Kristalle.

Die Prüfung wird ausgeführt, wie bei Ammoniumchlorid beschrieben wurde; ferner ist noch auf Chlorid und Nitrit zu prüfen.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 2 g Ammoniumnitrat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Nitrit.

Die Lösung von 1 g Ammoniumnitrat in 20 ccm Wasser wird mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure und 1 ccm einer frisch bereiteten, farblosen Lösung

von salzsaurem Metaphenylendiamin (0.5 : 100)*) versetzt; es darf keine gelbe oder gelbbraune Färbung einreten.

Ammoniumoxalat.
Ammonium oxalicum.

$$\begin{array}{l} CO\,ONH_4 \\ | \\ CO\,ONH_4 \end{array} + H_2O.$$ Molekulargewicht 142.10.

Farblose Kristalle, die sich in 25 Teilen kaltem Wasser klar lösen.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   3 g Ammoniumoxalat sollen nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Sulfat.

   5 g Ammoniumoxalat werden in 200 ccm Wasser gelöst und die Lösung zum Sieden erhitzt; sodann werden 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und Baryumchloridlösung zugefügt. Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Ammoniumoxalat in 25 ccm Wasser, mit 10 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und einigen Tropfen Silbernitratlösung versetzt, darf nach dem Umschütteln höchstens schwache Opalescenz zeigen.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

   Die Lösung von 1 g Ammoniumoxalat in 25 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen

---

*) Sollte die Lösung von salzsaurem Metaphenylendiamin von vornherein gefärbt sein, so ist sie vor der Verwendung durch Erwärmen mit ausgeglühter Tierkohle zu entfärben.

Schwefelammoniumlösung darf weder eine grüne Färbung noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

5. Quantitative Bestimmung.

Man löst 2 g Ammoniumoxalat in 200 ccm Wasser; 50 ccm dieser Lösung werden nach Zusatz von 6–8 ccm konzentrierter Schwefelsäure und Erwärmen auf etwa 60° mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.007105 g Ammoniumoxalat, log. 85156.

Ammoniumpersulfat.
Ammonium persulfuricum cryst.

$(NH_4)_2 S_2 O_8$. Molekulargewicht 228.20.

Farblose Kristalle, die sich in Wasser sehr leicht lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

Das Präparat soll mindestens 95% Ammoniumpersulfat enthalten*).

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

3 g Ammoniumpersulfat dürfen nach dem Glühen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Ammoniumpersulfat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 3–5 Tropfen**) Silbernitratlösung höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

*) Ammoniumpersulfat zersetzt sich allmählich unter Sauerstoffabgabe.

**) Fügt man mehr Silbernitratlösung hinzu, so wird die Chloridreaktion infolge Ausscheidung eines schwarzen Niederschlages verdeckt.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 4 g Ammoniumpersulfat in 50 ccm schwefliger Säure (1.029 – 1.035) wird auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft; der Abdampfrückstand wird in 40 ccm Wasser gelöst.

20 ccm dieser Lösung dürfen durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

20 ccm der Lösung des Abdampfrückstandes dürfen durch Zusatz von Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion keine Veränderung erleiden; nach Zusatz von einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf höchstens Grünfärbung, keineswegs Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

4. Gehaltsbestimmung*).

Man löst 1 g Ammoniumpersulfat in einem Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt in einer Lösung von 5 g Kaliumjodid in 50 ccm Wasser, fügt 10 ccm verdünnte Schwefelsäure (1.110 – 1.114) hinzu und läßt die Mischung mindestens 3 Stunden lang unter wiederholtem Umschütteln an einem vor Licht geschützten Orte stehen. Sodann füllt man mit Wasser bis zur Marke auf, mischt und titriert 50 ccm mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.01141 g Ammoniumpersulfat, log. 05729.

Ammoniumphosphat (sekundäres).
Ammonium phosphoricum.

$(NH_4)_2HPO_4$. Molekulargewicht 132.13.

Farblose Kristalle oder weißes Kristallpulver, löslich in 4 Teilen kaltem oder 0.5 Teilen siedendem Wasser.

*) Nach E. Rupp, Arch. der Pharm. 238. Band, S. 157 (1900). $(NH_4)_2S_2O_8 + 2KJ + 2H_2SO_4 = 2J + 2KHSO_4 + 2(NH_4)HSO_4$.

Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch.

1. Prüfung auf Alkalien.

Die Lösung von 2 g Ammoniumphosphat in 100 ccm Wasser wird zwecks Abscheidung der Phosphorsäure mit einer Bleiacetatlösung*) im geringen Überschuß versetzt und filtriert. Im Filtrat wird der Überschuß an Blei durch Schwefelwasserstoff gefällt; die Flüssigkeit wird filtriert, das Filtrat zur Trockene eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Der Glührückstand soll nicht mehr als 0.003 g betragen und darf, mit einigen Tropfen Wasser befeuchtet, rotes Lackmuspapier nicht blau färben.

2. Prüfung auf Arsen.

Eine Mischung von 1 g zerriebenem Ammoniumphosphat und 3 ccm Zinnchlorürlösung darf innerhalb 1 Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

3. Prüfung auf Carbonat und Sulfat.

Die Lösung von 1 g Ammoniumphosphat in 20 ccm Wasser darf auf Zusatz von Salzsäure nicht aufbrausen und, mit Baryumchloridlösung versetzt, nach 15stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Ammoniumphosphat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und Silbernitratlösung höchstens sehr schwache Opaleszenz zeigen.

5. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 2 g Ammoniumphosphat und einem Kriställchen Natriumchlorid in 10 ccm Wasser

---

*) Es ist reinstes Bleiacetat zu verwenden.

wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

6. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 2 g Ammoniumphosphat in 20 ccm Wasser darf nach dem Ansäuern mit Salzsäure durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

Die Lösung von 2 g Ammoniumphosphat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Schwefelammoniumlösung weder eine grüne oder braune Färbung zeigen, noch darf Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

7. Quantitative Bestimmung.

Die Lösung von 1 g Ammoniumphosphat in 100 ccm Wasser wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0,13213 g Ammoniumphosphat, log. 12100.

Ammoniumrhodanid.
Ammoniumsulfocyanat.
Ammonium rhodanatum.

$(NH_4)SCN$. Molekulargewicht 76.12.

Farblose, in Wasser und Alkohol leicht lösliche Kristalle.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

2 g Ammoniumrhodanid sollen nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

1 g Ammoniumrhodanid soll sich in 10 ccm absolutem Alkohol vollständig und klar lösen.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Ammoniumrhodanid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure und Baryumchloridlösung innerhalb 5 Minuten keine Veränderung zeigen.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Wird 1 g Ammoniumrhodanid in 20 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung versetzt, so darf weder ein Niederschlag noch eine grüne oder braune Färbung entstehen.

5. Prüfung auf Eisenoxydsalze.

Die Lösung von 1 g Ammoniumrhodanid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure (1.124 – 1.126) vollständig farblos bleiben.

6. Prüfung auf Chlorid.

Man erhitzt in einem Porzellantiegel 7 g Natriumnitrat zum Schmelzen und trägt in kleinen Portionen eine Mischung von 0.5 g Ammoniumrhodanid und 2 g entwässertem Natriumcarbonat ein. Nach dem Erkalten löst man die Schmelze in 30 ccm Wasser unter Erwärmen, säuert die Lösung mit Salpetersäure an und versetzt mit Silbernitratlösung; die Lösung darf höchstens schwach opalisierend getrübt sein.

Ammoniumsulfat.
Ammonium sulfuricum.

$(NH_4)_2SO_4$. Molekulargewicht 132.15.

Farblose Kristalle, welche in 2 Teilen kaltem oder 1 Teil siedendem Wasser löslich sind. In Alkohol ist Ammoniumsulfat fast unlöslich.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

3 g Ammoniumsulfat sollen nach dem Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 2 g Ammoniumsulfat in 20 ccm Wasser darf nach dem Ansäuern mit Salpetersäure durch Silbernitratlösung keine Veränderung erleiden.

3. Prüfung auf Phosphat und Arseniat.

Die Lösung von 5 g Ammoniumsulfat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 3 ccm Magnesiamischung*) und 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung zeigen.

4. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 2 g Ammoniumsulfat und einem Kriställchen Natriumchlorid in 10 ccm Wasser wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1 : 1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 2 g Ammoniumsulfat in 20 ccm Wasser darf nach dem Ansäuern mit Salzsäure durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

Die Lösung von 2 g Ammoniumsulfat in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von Ammoniaklösung klar bleiben; nach dem Hinzufügen von Schwefelammoniumlösung darf die Flüssigkeit keine grüne oder braune Farbe annehmen und Abscheidung eines Niederschlages darf nicht eintreten.

6. Prüfung auf Ammoniumrhodanid.

Die Lösung von 1 g Ammoniumsulfat in 20 ccm Wasser und 2 ccm Salzsäure (1.124—1.126) darf nach Zusatz von 1 Tropfen Eisenchloridlösung keine rote Färbung annehmen.

---

*) Siehe Anmerkung bei Bromwasserstoffsäure.

Ammoniumsulfid, in Lösung. Schwefelammoniumlösung. Liquor Ammonii hydrosulfurati.

Die Lösung des Schwefelwasserstoffs in Ammoniaklösung stellt eine farblose oder schwach gelblich gefärbte Flüssigkeit dar, die gegen Lackmuspapier stark alkalisch reagiert.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm Schwefelammoniumlösung dürfen nach dem Verdampfen und Glühen in einer Porzellanschale keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Ammoniumcarbonat.

   Werden 10 ccm Schwefelammoniumlösung mit 3 ccm Calciumchloridlösung versetzt, so soll auch beim Erwärmen keine Fällung eintreten.

3. Prüfung auf Arsen, Antimon und Zinn.

   Werden 50 ccm Schwefelammoniumlösung mit Salzsäure bis zur sauren Reaktion versetzt, so darf kein gefärbter Niederschlag abgeschieden werden.

4. Bestimmung des Gehaltes an Sulfid-Schwefel und Prüfung auf Chlorid.

   Man bringt in ein Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt 5 ccm einer Lösung von 10 g Schwefelammoniumlösung in 100 ccm Wasser, fügt 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) und 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung hinzu und füllt mit Wasser bis zur Marke auf. Nach tüchtigem Umschütteln wird filtriert.

   Werden 20 ccm des Filtrats mit Salpetersäure bis zur sauren Reaktion versetzt, so darf weder Trübung noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

   50 ccm des Filtrats werden mit 20 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) versetzt und nach Zusatz von 5 ccm einer kalt gesättigten Ferriammoniumsulfat-

lösung mit $^{1}/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung titriert.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.0016035 g Sulfid-Schwefel, log. 20506.

5. Bestimmung des Ammoniaks.

50 ccm einer Lösung von 20 g Schwefelammoniumlösung in 500 ccm Wasser werden nach Zusatz von 30 ccm stickstoffreier Natronlauge (1.3) destilliert, bis etwa 50 ccm übergegangen sind. Das Destillat wird in einer Vorlage aufgefangen, welche 20 ccm Normal-Salzsäure enthält, und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.01703 g Ammoniak, log. 23121.

Ammoniumthioacetatlösung.
Ammonium thioaceticum solutum.

(Reagenz nach Schiff.)

$CH_3 \cdot CO\,S(NH_4)$. Molekulargewicht 93.13.

Klare, gelbliche Flüssigkeit von schwachem, an Schwefelammonium erinnernden Geruch, welche gegen Lackmuspapier schwach alkalisch reagiert. Die Lösung enthält ca. 30 % Ammoniumthioacetat.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

10 ccm Ammoniumthioacetatlösung sollen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Ammoniumcarbonat.

Werden 10 ccm Ammoniumthioacetatlösung mit 3 ccm Calciumchloridlösung versetzt, so darf auch nach dem Erwärmen eine Fällung nicht eintreten.

3. Prüfung auf Sulfat.

10 ccm Ammoniumthioacetatlösung, mit 10 ccm verdünnter Essigsäure gemischt, sollen durch Baryumchloridlösung nicht sofort getrübt werden.

Anmerkungen. Das Reagenz läßt sich nur kurze Zeit unverändert aufbewahren; es wird leicht trübe.

Über die Verwendung der Ammoniumthioacetatlösung in der Analyse siehe B. B. 1894, S. 3437 u. 1895, S. 1204, oder Z. f. analyt. Ch. 1895, S. 456.

Amylalkohol.
Isoamylalkohol. Gärungsamylalkohol.
Alcohol amylicus.

$(CH_3)_2 \cdot CH \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot OH$.

Molekulargewicht 88.12.

Der Gärungsamylalkohol besteht im wesentlichen aus Isobutylcarbinol und enthält wechselnde Mengen von optisch aktivem Amylalkohol, $CH_3 \cdot CH_2 \cdot CH\,(CH_3) \cdot CH_2 \cdot OH$ (Sekundärbutylcarbinol).

1. Reinste Sorte.

Klare, farblose Flüssigkeit, die gegen Lackmuspapier keine Reaktion zeigt. Amylalkohol ist in Wasser wenig löslich, mit Alkohol, Äther und Benzin aber klar mischbar. Spezifisches Gewicht 0.814. Siedepunkt 131°. Innerhalb eines Grades sollen mindestens 90 Volum-Prozente überdestillieren.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

10 g Amylalkohol, auf dem Wasserbade verdampft, dürfen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf organische Verunreinigungen (Furfurol usw.).

a) Werden 5 ccm Amylalkohol mit 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure geschüttelt, so darf sich

die Mischung nur schwach gelblich oder rötlich färben.

b) Schüttelt man 5 ccm Amylalkohol mit 5 ccm Kalilauge (1.3), so darf sich der Amylalkohol nicht färben.

3. Prüfung auf Wasser.

5 ccm Amylalkohol sollen sich in 50 ccm Petroleum klar lösen.

2. Amylalkohol für Fettbestimmung nach Gerber.

Wasserhelle Flüssigkeit vom Siedepunkt 129–132°. Spezifisches Gewicht ca. 0.815.

1 ccm Amylalkohol im Butyrometer (Gerber) mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.820–1.825) und 11 ccm Wasser geschüttelt, hierauf 2–3 Minuten geschleudert und 24 Stunden stehen gelassen, darf keine ölige Ausscheidung geben.

Anilin.
Anilinum.

$C_6H_5 \cdot NH_2$. Molekulargewicht 93.06.

Farblose, ölige, stark lichtbrechende Flüssigkeit, welche sich unter dem Einfluß von Licht und Luft rasch bräunt. Anilin löst sich in ca. 35 Teilen Wasser. Es erstarrt in einer Kältemischung und schmilzt dann bei –8°. Spezifisches Gewicht 1.027. Siedepunkt 183°.

Prüfung auf Kohlenwasserstoffe und Nitrobenzol.

5 ccm Anilin sollen sich in 10 ccm Salzsäure (1.124–1.126) klar lösen; wird diese Lösung mit 15 ccm Wasser verdünnt, so darf nach dem Erkalten keine Trübung wahrnehmbar sein.

Antimontrioxyd.
Stibium oxydatum.

Sb_2O_3. Molekulargewicht 288.4.

Weißes Pulver, unlöslich in Wasser, löslich in Salzsäure, Weinsäure und sauren weinsauren Alkalien, ferner in Kali- oder Natronlauge.

Antimontrioxyd reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Arsen.

   Die Lösung von 1 g Antimontrioxyd in 3 ccm Salzsäure (1.19) darf nach Zusatz von 3 ccm Zinnchlorürlösung im Laufe einer Stunde keine dunklere Färbung annehmen.

2. Prüfung auf fremde Schwermetalle.

   Man löst 1 g Antimontrioxyd unter Erwärmen in 30 ccm Natronlauge (1.3), verdünnt die Lösung mit 20 ccm Wasser und fügt Schwefelwasserstoffwasser hinzu; es darf weder ein weißer, noch ein braunschwarzer Niederschlag entstehen.

3. Prüfung auf Chlorid.

   1 g Antimontrioxyd wird unter Erwärmen in 30 ccm Natronlauge (1.3) gelöst. Man fügt zur Lösung 70 ccm Salpetersäure (1.150—1.152), filtriert und versetzt das Filtrat mit Silbernitratlösung. Die Flüssigkeit darf höchstens leicht getrübt werden, aber keinen Niederschlag abscheiden.

Arsentrioxyd. Arsenige Säure.
Acidum arsenicosum.

As_2O_3. Molekulargewicht 197.92.

Weiße, glasartige (amorphe) oder porzellanartige (kristallinische) Stücke, oder ein daraus bereitetes weißes

Pulver. Die Löslichkeit und Auflösungsgeschwindigkeit in Wasser ist für die amorphe arsenige Säure größer als für die kristallinische. Die gesättigte Lösung der amorphen arsenigen Säure ist nicht beständig, sondern es scheidet sich allmählich die weniger lösliche kristallinische arsenige Säure ab. Die kristallinische Säure löst sich sehr langsam in ungefähr 65 Teilen kaltem Wasser und schneller in 15 Teilen siedendem Wasser auf.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   1 g Arsentrioxyd, in einem Porzellanschälchen erhitzt (Vorsicht!), soll sich verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

2. Prüfung auf Baryumsulfat, Talk, Calciumsulfat etc.

   0.5 g Arsentrioxyd sollen sich in einem Gemisch von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und 5 ccm Wasser lösen.

3. Prüfung auf Schwefelarsen.

   5 g Arsentrioxyd werden in 5 ccm Natronlauge und 15 ccm Wasser gelöst; versetzt man die klare Lösung mit 2 Tropfen Bleiacetatlösung, so darf keine Veränderung eintreten.

4. Gehaltsbestimmung.

   Man löst 1 g des bei 100° getrockneten Arsentrioxyds unter Verwendung von 6 g Kaliumbicarbonat in 50 ccm siedendem Wasser, läßt diese Lösung erkalten und bringt sie mit Wasser auf 100 ccm.

   20 ccm dieser Lösung werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung titriert.

   1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.004948 g arsenige Säure, log. 69443.

Asbest-Präparate

für Elementar-Analyse nach Prof. F. Pregl.

Kupferoxyd-Asbest.

Silber-Asbest.

Nach den Vorschriften von Prof. F. Pregl hergestellte Asbest-Präparate.

Literatur: B. B. 1905, S. 1434.

Azolitmin.
Azolitminum.

Azolitmin ist ein besonders reiner Lackmusfarbstoff.

Dunkelviolette Blättchen, löslich in Wasser.

Als Indikator wird Azolitmin in 1 prozentiger Lösung verwendet. Man löst 1 g Azolitmin unter Erwärmen in 80 ccm Wasser, fügt 20 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) hinzu und filtriert nach dem Erkalten.

Prüfung auf Empfindlichkeit.

50 ccm kohlensäurefreies, destilliertes Wasser werden mit 2 Tropfen Azolitminlösung versetzt. Die bläulichrote Farbe der Flüssigkeit soll nach Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure in Rot und nach Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge in Blauviolett umschlagen.

Barytwasser.
Aqua Barytae.

Klare, farblose Flüssigkeit von stark alkalischer Reaktion. Barytwasser enthält in 100 Teilen 3.3 Teile kristallisiertes Baryumhydroxyd.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie bei Baryumhydroxyd beschrieben ist, jedoch sind für 1 g kristal-

lisiertes Baryumhydroxyd 30 ccm Barytwasser zu verwenden.

Bestimmung des Gehaltes an Baryumhydroxyd.

50 ccm Barytwasser werden unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen mindestens 10.5 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.15777 g kristallisiertes Baryumhydroxyd, log. 19803.

Baryumacetat.
Baryum aceticum.

$Ba(CH_3 \cdot COO)_2 + H_2O$. Molekulargewicht 273.46.

Weißes, kristallinisches Pulver, in 2 Teilen Wasser und in etwa 100 Teilen Alkohol löslich.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Baryumacetat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und Silbernitratlösung höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

2. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 1 g Baryumacetat und einem Kriställchen Natriumchlorid in 10 ccm Wasser wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1 : 1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

3. Prüfung auf Kalk und Alkalien.

Die zum Sieden erhitzte Lösung von 5 g Baryumacetat in 200 ccm Wasser und 2 ccm Salzsäure (1.124—1.126) wird mit 15 ccm Schwefelsäure

(1.110 – 1.114) versetzt und nach 15stündigem Stehen filtriert. Das Filtrat darf nach Zusatz von Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) höchstens schwache Opaleszenz zeigen und soll nach dem Verdampfen und Glühen nicht mehr als 0.004 g Rückstand hinterlassen.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Die wässerige Lösung (1 : 20) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammoniumlösung darf weder eine dunkle Färbung noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

Baryumcarbonat.
Baryum carbonicum.

$BaCO_3$. Molekulargewicht 197.40.

Weiße Stücke oder weißes Pulver. Baryumcarbonat ist in kohlendioxydfreiem Wasser fast unlöslich.

1. Prüfung auf in verdünnter Salzsäure unlösliche Verunreinigungen.

5 g Baryumcarbonat sollen sich in 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 50 ccm Wasser vollständig lösen.

2. Prüfung auf Baryumhydroxyd.

Wird 1 g gepulvertes Baryumcarbonat mit 20 ccm kohlensäurefreiem Wasser innerhalb einer halben Stunde mehrmals geschüttelt und die Flüssigkeit sodann filtriert, so darf das Filtrat nicht alkalisch reagieren und nach dem Verdampfen und Glühen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen.

3. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Baryumcarbonat in 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und 25 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 1 g Baryumcarbonat und einem Kriställchen Natriumchlorid in 10 ccm verdünnter Essigsäure wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

5. Prüfung auf Kalk und Alkalien.

Die zum Sieden erhitzte Lösung von 5 g Baryumcarbonat in 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 200 ccm Wasser wird mit 15 ccm Schwefelsäure (1.110 – 1.114) versetzt und nach 15stündigem Stehen filtriert. Das Filtrat darf nach Zusatz von Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) höchstens schwache Opaleszenz zeigen und soll nach dem Verdampfen und Glühen nicht mehr als 0.003 g Rückstand hinterlassen.

6. Prüfung auf Schwermetalle.

Die durch Kochen vom Kohlendioxyd befreite Lösung von 1 g Baryumcarbonat in 5 ccm Salzsäure (1.124 – 1.136) und 15 ccm Wasser darf weder auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser, noch nach Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammoniumlösung eine dunkle Färbung oder einen Niederschlag zeigen.

7. Quantitative Bestimmung.

Eine Lösung von 1 g Baryumcarbonat in 50 ccm Wasser und 15 ccm Normal-Salzsäure wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.0987 g Baryumcarbonat, log. 99432.

Baryumchlorid (alkalifrei).
Baryum chloratum.

$BaCl_2 + 2H_2O$. Molekulargewicht 244.35.

Farblose Kristalle, die sich in 2.5 Teilen kaltem oder 1.5 Teilen siedendem Wasser lösen. In absolutem Alkohol ist Baryumchlorid unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Alkalien.

   Die zum Sieden erhitzte Lösung von 3 g Baryumchlorid in 2 ccm Salzsäure (1.124–1.126) und 100 ccm Wasser wird mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110–1.114) versetzt und nach 15stündigem Stehen filtriert. Das Filtrat darf nach dem Verdampfen und Glühen höchstens 0.001 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Strontium- oder Calciumchlorid.

   Wird 1 g gepulvertes Baryumchlorid mit 20 ccm absolutem Alkohol 5 Minuten geschüttelt, so darf das Filtrat nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) sollen weder nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser, noch nach Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammoniumlösung eine dunkle Färbung oder einen Niederschlag zeigen.

4. Prüfung auf Nitrat.

   Die Lösung von 1 g Baryumchlorid und einem Kriställchen Natriumchlorid in 10 ccm Wasser wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1 : 1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

5. Prüfung auf chlorsaures Salz.

Werden 2 g Baryumchlorid zerrieben und im Reagenzglase mit 10 ccm konzentrierter Salzsäure erwärmt, so darf weder Gelbfärbung des Kristallpulvers oder der Flüssigkeit, noch Geruch nach Chlor auftreten.

Baryumhydroxyd.
Baryum oxydatum hydricum cryst.

$Ba(OH)_2 + 8H_2O$. Molekulargewicht 315.54.

Weiße Kristalle, löslich in 20 Teilen kaltem und 3 Teilen siedendem Wasser; es bleibt jedoch fast immer eine geringe Menge von Baryumcarbonat ungelöst. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Baryumhydroxyd in 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 25 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Kalk und Alkalien.

Die zum Sieden erhitzte Lösung von 3 g Baryumhydroxyd in 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 100 ccm Wasser wird mit 10 ccm Schwefelsäure (1.110—1.114) versetzt und nach 15stündigem Stehen filtriert. Das Filtrat darf nach dem Eindampfen und Glühen höchstens 0.002 g Rückstand hinterlassen.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Baryumhydroxyd in 20 ccm Wasser und 2 ccm Salzsäure (1.124—1.126) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

Die Lösung von 1 g Baryumhydroxyd in 20 ccm Wasser und 2 ccm Salzsäure (1.124—1.126) darf nach Zusatz von Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion und Schwefelammoniumlösung weder eine dunkle Färbung noch einen Niederschlag zeigen.

4. Prüfung auf Schwefelbaryum.

Die wässerige Lösung von Baryumhydroxyd (1:20) darf nach dem Ansäuern mit Salzsäure weder nach Schwefelwasserstoff riechen, noch auf Zusatz von Bleiacetatlösung eine dunkle Farbe annehmen.

5. Quantitative Bestimmung.

Die Lösung von 3 g Baryumhydroxyd in 100 ccm Wasser wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 18.9 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.157772 g $Ba(OH)_2 + 8H_2O$, log. 19803.

Baryumnitrat.
Baryum nitricum.

$Ba(NO_3)_2$. Molekulargewicht 261.42.

Farblose Kristalle, die sich in 20 Teilen kaltem oder 2.8 Teilen siedendem Wasser lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral. Baryumnitrat ist in absolutem Alkohol unlöslich.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die wässerige, mit Salpetersäure angesäuerte Lösung (1:20) darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Alkalien.

Die Prüfung ist auszuführen, wie bei Baryumchlorid beschrieben wurde; das Gewicht des Glührückstandes soll nicht mehr als 0.002 g betragen.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

Dieselbe wird ausgeführt, wie bei Baryumchlorid beschrieben wurde.

Baryumsulfid.
Schwefelbaryum, Baryum sulfuratum.
Würfel zur Entwicklung von arsenfreiem Schwefelwasserstoff*).

Harte, graue, amorphe Stücke, welche durch Glühen eines Gemenges von Schwerspat, Steinkohlenpulver und Kochsalz erhalten werden. Das Präparat enthält mindestens 50 Prozent Schwefelbaryum.

Läßt man zu Schwefelbaryum verdünnte Salzsäure zutropfen, so soll ein gleichmäßiger Strom von Schwefelwasserstoff entwickelt werden.

1. Prüfung auf Arsen.

10 g fein gepulvertes Schwefelbaryum werden in kleinen Mengen von etwa 0.2—0.3 g in 100 ccm Salpetersäure (1.3), welche in einer Porzellanschale auf 70—80° erhitzt wurde, eingetragen. Nach beendetem Eintragen wird die Mischung zum Sieden erhitzt und nach Zusatz von 100 ccm arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) auf dem Wasserbade so weit wie möglich eingedampft. Man erhitzt schließlich weiter auf dem Sandbade bis zur beginnenden Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen. Der Rückstand wird nach dem Erkalten mit 100 ccm Wasser angerührt.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang und bringt sodann den aufgeschlemmten Abdampfrückstand in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

---

*) Die Salzsäure, welche zur Entwicklung verwendet wird, ist auf Arsen zu prüfen.

2. Prüfung auf den Gehalt an Baryumsulfid*).

Man trägt 1 g gepulvertes Schwefelbaryum in eine Lösung von 0.73 g Kupfersulfat ($CuSO_4 + 5H_2O$) in 50 ccm Wasser ein, läßt unter fortwährendem Umschwenken 10 ccm verdünnte Essigsäure (1.040 – 1.042) zutropfen und filtriert. Das Filtrat darf, nachdem etwa vorhandener Schwefelwasserstoff durch Kochen entfernt wurde, auf Zusatz von Ammoniaklösung im Überschuß keine blaue Farbe annehmen. (Mindestgehalt von 50% BaS.)

Baryumsuperoxyd.
Baryum peroxydatum anhydricum.

BaO_2. Molekulargewicht 169.4.

Weißes oder grauweißes, in Wasser unlösliches Pulver, welches sich in kalter, verdünnter Salzsäure unter Bildung von Wasserstoffsuperoxyd löst. Das Präparat soll mindestens 82% Baryumsuperoxyd enthalten.

Gehaltsbestimmung.

In einem Meßkolben von 250 ccm Inhalt wird unmittelbar vor dem Gebrauch eine Lösung von 5 g Kaliumjodid in 50 ccm Wasser mit einer Lösung von 5 g Weinsäure in 50 ccm Wasser gemischt. In diese Mischung wird ca. 1 g Baryumsuperoxyd (genau gewogen) eingetragen. Durch Umschwenken (etwa 5 Minuten lang) wird für gute Durchmischung gesorgt und nach Zusatz von 10 ccm Salzsäure (25%ig) und nochmaligem Umschwenken der Niederschlag in Lösung gebracht. Das Reaktionsgemisch bleibt hierauf im Dunkeln eine halbe Stunde stehen und wird sodann mit Wasser bis zur Marke verdünnt.

*) Diese Prüfung ist mit einer Durchschnittsprobe des Präparates auszuführen.

100 ccm werden mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.00847 g Baryumsuperoxyd, log. 92788.

Benzidin.
Paradiamidodiphenyl. Benzidinum.

$(C_6H_4)_2(NH_2)_2$. Molekulargewicht 184.12.

Weißes oder schwach rötliches, kristallinisches Pulver. Schmelzpunkt 128°. Benzidin löst sich sehr schwer in kaltem Wasser, leichter in siedendem Wasser, in Alkohol und Äther.

1. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Benzidin in 50 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

2. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

   1 g Benzidin darf nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

Anmerkung. Über die Verwendung des Benzidins zur Bestimmung der Schwefelsäure siehe Wolf J. Müller u. K. Dürkes, Z. f. analyt. Ch. 1903, S. 477; Z. f. angew. Ch. 1903, S. 653 u. 1017; Raschig, Z. f. angew. Ch. 1903, S. 617 u. 818; Knorre, Chem. Ind. 1905, Band 28, S. 2; Friedheim u. Nydegger, Z. f. angew. Ch. 1907, S. 9; Knorre, Chem.-Ztg. 1908, S. 405; als Reagens auf Verholzung, Schneider, Chem. Zentralbl. 1914, II S. 802; zur Untersuchung von Steinzellen, van Zyp, Chem. Zentralbl. 1920, IV S. 140; zur volumetrischen Bestimmung der Ätherschwefelsäuren und der anorganischen Sulfate im Harn, Rosenheim und Drummond, Chem. Zentralbl. 1914, II S. 1007 und Drummond, Chem. Zentralbl. 1916, II S. 1190; zum Nachweis von Peroxydase und Wasserstoffsuperoxyd, Hinks, Chem. Zentralbl. 1916, I S. 432, Woker, B. B. 49 S. 2319 und 50 S. 672, Madelung B. B. 50 S. 105 und 1182; zur Untersuchung roher und gekochter Milch, Hildebrand, Chem. Zentralbl. 1917 I S. 1033; zum Nachweis des Cers, Feigl, Oesterr.

Chem.-Ztg. [2] 22 S. 124 und Chem.-Ztg. 44 S.689; über das Benzidin-Benzidinsulfatgleichgewicht, Brönstedt und Petersen, Chem. Zentralbl. 1920, I S. 425; über die Löslichkeit des Benzidinsulfats, Chem. Zentralbl. 1920, III S. 191.

Benzidin
zum Blutnachweis.

$(C_6H_4)_2(NH_2)_2$. Molekulargewicht 184.12.

Hellbraunes, kristallinisches Pulver, in kaltem Wasser sehr schwer löslich, leichter in siedendem Wasser, in Alkohol und Äther.

Prüfung auf Brauchbarkeit für den Blutnachweis.

Man löst 1 g Benzidin in 10 ccm konzentrierter Essigsäure (1.064) und versetzt 1 ccm dieser Lösung mit 10 ccm 3 prozentiger Wasserstoffsuperoxydlösung*). Die Mischung darf innerhalb einiger Minuten keine oder doch nur sehr geringe Färbung zeigen. Bringt man in diese Flüssigkeit eine geringe Menge von Blut, so nimmt dieselbe eine blaue Farbe an.

Anmerkung. Über die Verwendung des Benzidins zum Blutnachweis siehe O. u. R. Adler, Z. f. physiolog. Ch. 1904, Bd. 41, S. 59; O. Schumm u. C. Westphal, Z. f. physiolog. Ch. 1905, Bd. 46, S. 510; E. Schlesinger u. F. Holst, Deutsche medizinische Wochenschrift 1906, Nr. 36, S. 1444; O. Schumm, ebenda 1907, Nr. 42, S. 1741: M. Einhorn, ebenda 1907, Nr. 27, S. 1089; Utz, Chem.-Ztg. 1907, S. 737; A. Ascarelli, Deutsche medizinische Wochenschrift 1908, S. 2307; F. Straßmann, ebenda 1909, S. 115; E. Walter, ebenda 1909, S. 130; Th. Messerschmidt, Münchner medizinische Wochenschrift 1909, S. 388; H. Merkel, ebenda 1909, S. 2358; O. Schumm, Archiv der Pharmazie 1909, S. 1; E. Walter, Deutsche medizinische Wochenschrift 1910, S. 309; Löb, Apotheker-Ztg. 1913, S. 335; Schlesinger und Jagielski ebenda 1914, S. 231; Gattner und Schlesinger, Berliner klinische Wochenschrift, Band 56, S. 706 oder Chem. Zentralbl. 1919, IV S. 526; Graham, Chem. Zentralbl. 1920, III S. 63; Graber, Wiener medizinische Wochenschrift, Bd. 70 S. 1389 oder Chem. Zentralbl. 1920, IV S. 356; Gattner und Schlesinger, Chem. Zentralbl. 1920, IV S. 69; Schön und Wolfner, Berliner klinische Wochenschrift, Band 57, S. 1050 oder Chem. Zentralbl. 1921, II S. 478.

*) 1 ccm Perhydrol + 9 ccm Wasser.

Benzildioxim, α.
Diphenylglyoxim, α.

$$\begin{array}{l} C_6H_5-C=N.OH \\ \quad\quad\;\; | \\ C_6H_5-C=N.OH \end{array}$$ Molekulargewicht 240.12.

Weißes, aus kleinen Blättchen bestehendes Pulver, unlöslich in Wasser, sehr schwer löslich in Alkohol (0.05:100) und Äther. Schmelzpunkt (bei langsamem Erwärmen) 237°.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

   1 g Benzildioxim darf nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Löslichkeit.

   Verreibt man 0.05 g Benzildioxim sehr fein in einem Achatmörser und gibt allmählich 100 ccm Alkohol (96 %) zu, so soll beim Erwärmen auf dem Wasserbade vollkommene Lösung eintreten.

3. Prüfung auf Reinheit.

   2 ccm einer Lösung von 1 g Nickelchlorid ($NiCl_2 + 6H_2O$) in 100 ccm Wasser werden nach dem Verdünnen mit 20 ccm Wasser und Zusatz von 1 ccm Ammoniaklösung (0.96) mit einer erwärmten Lösung von 0.05 g Benzildioxim in 100 ccm Alkohol (96 %) und 1 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt; diese Mischung wird auf dem Wasserbade erwärmt, bis sich der entstandene rote Niederschlag zusammengeballt hat, darauf filtriert und das Filtrat nochmals mit 25 ccm der alkoholischen Benzildioximlösung versetzt. Beim Erwärmen auf dem Wasserbade darf keine weitere Abscheidung eines roten Niederschlages erfolgen.

Anmerkung. Über die Verwendung des Diphenylglyoxims zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung des Nickels siehe: Chem. Ztg. 1913 S. 773; Z. f. anal. Ch. 1914 S. 620; Mercks Berichte 1913 S. 223; Merck's Reag.-Verz. IV. Auflage 1916 S. 15.

Benzin
siehe
Petroleumäther.

Benzoesäure*).
Acidum benzoicum.

$C_6H_5 . COOH$. Molekulargewicht 122.05.

Farblose, seidenglänzende Nadeln oder Schuppen, die sich in kaltem Wasser schwer (etwa 1:300), leicht in Alkohol, Äther und Chloroform lösen.

Benzoesäure sublimiert leicht ohne Zersetzung und ist auch mit Wasserdämpfen leicht flüchtig. Sie schmilzt bei 121—122°.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.
   2 g Benzoesäure dürfen nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.
2. Prüfung auf Chlorbenzoesäure.
   Man mischt 2 g Benzoesäure mit 0.5 g chloridfreiem Calciumcarbonat, befeuchtet die Mischung mit etwas Wasser, trocknet und glüht. Der Rückstand wird in wenig Salpetersäure (1.150—1.152) gelöst, die Lösung mit Wasser auf 10 ccm verdünnt und filtriert. Das Filtrat darf auf Zusatz von Silbernitratlösung höchstens eine schwache Opaleszenz zeigen.
3. Prüfung auf organische Verunreinigungen und Schwermetalle.
   1 g Benzoesäure soll sich in 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) klar und farblos lösen. Die Lösung

*) Außer dieser Benzoesäure, welche als Urtitersubstanz in der Alkalimetrie empfohlen wird (Z. f. anorg. Ch. Band 53 S. 361 und Band 59, S. 114) ist noch eine Benzoesäure von 6325 kal. pro g erhältlich, die zur Eichung von Kalorimetern Verwendung findet (Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage, Bd. S. 435).

darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Kaliumpermanganat reduzierende Verunreinigungen.

Man löst 1 g Benzoesäure in 100 ccm heißem Wasser, gibt zu dieser Lösung 20 ccm verdünnte Schwefelsäure (1.110—1.114) und versetzt tropfenweise mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung. Bis zur bleibenden Rötung sollen nicht mehr als 3 Tropfen verbraucht werden.

5. Gehaltsbestimmung.

Die Lösung von 0.5 g Benzoesäure in 30 ccm Alkohol wird mit $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge und Phenolphthaleïn als Indikator titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge = 0.012205 g Benzoesäure, log. 08651.

Benzol.
Benzolum.

C_6H_6. Molekulargewicht 78.05.

Klare, farblose Flüssigkeit von eigenartigem Geruch, unlöslich in Wasser, leicht löslich in absolutem Alkohol und Äther. Benzol erstarrt beim Abkühlen mit Eis zu rhombischen Kristallblättern, welche bei + 4° schmelzen. Spezifisches Gewicht 0.883. Siedepunkt 80—81°.

1. Prüfung auf Thiophen*).

Werden 50 ccm Benzol mit 20 ccm konzentrierter Schwefelsäure geschüttelt, so soll die Schwefelsäure farblos bleiben; fügt man ein Kriställchen Isatin zu, so darf die Schwefelsäure nach erneutem Um-

*) Über die Bestimmung des Thiophens siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden VII. Auflage, III. Band, S. 235.

schütteln und nach einstündigem Stehen weder eine grüne noch blaue Farbe zeigen.

2. Prüfung auf Schwefelkohlenstoff*).

50 ccm Benzol werden mit 50 ccm alkoholischer Kalilauge (11 g Kaliumhydroxyd in 90 g absolutem Alkohol) gemischt und einige Stunden bei ca. 20° der Ruhe überlassen. Dann wird mit etwa 100 ccm Wasser geschüttelt und die wässerige Lösung vom Benzol getrennt. Nach dem Neutralisieren der wässrigen Flüssigkeit mit Essigsäure und Zusatz von Kupfersulfatlösung darf keine Abscheidung erfolgen.

3. Über die Bestimmung von Paraffinkohlenwasserstoffen und die Prüfung auf ungesättigte und verharzbare Bestandteile durch die Schwefelsäureprobe oder Bromtitration siehe F. Frank, Chemische Industrie **24,** S. 263; 1901 oder Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden VII. Auflage, III. Band, S. 237.

Bernsteinsäure.
Acidum succinicum albiss.

$C_4 H_6 O_4$. Molekulargewicht 118.05.

Farblose, monokline Prismen, welche sich in 20 Teilen kaltem oder ca. 2 Teilen siedendem Wasser, ferner in 10 Teilen Alkohol und in 80 Teilen Äther lösen.

Bernsteinsäure schmilzt bei 182° und kommt bei 235° unter Entwicklung stechend riechender, weißer Dämpfe zum Sieden, wobei sie zum größten Teil in Wasser und Bernsteinsäureanhydrid zerfällt.

---

*) Über den Nachweis von Schwefelkohlenstoff mit Phenylhydrazin nach Liebermann und Seyewitz siehe B. B. **24,** Ref. 788; 1891.

Über die Bestimmung von Schwefelkohlenstoff siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden VII. Auflage, III. Band, S. 233 und Zeitschr. f. analyt. Ch. **55,** 64; 1916.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

1 g Bernsteinsäure soll, in einem Platinschälchen erhitzt*), sich verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen. Bildung von Kohle soll dabei nicht beobachtet werden.

2. Prüfung auf Oxalsäure.

Die Lösung von 1 g Bernsteinsäure in 20 ccm Wasser soll durch Calciumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Bernsteinsäure in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Baryumnitratlösung nach 15stündigem Stehen keine Abscheidung zeigen.

4. Prüfung auf Weinsäure.

Die Lösung von 5 g Bernsteinsäure in 50 ccm warmem Wasser wird mit 5 ccm Kaliumacetatlösung versetzt und sodann mit 50 ccm Alkohol gemischt; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Niederschlag wahrnehmbar sein.

5. Prüfung auf Chlorid.

Werden 20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) mit 2 oder 3 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) versetzt, so darf nach Zusatz von Silbernitratlösung höchstens eine schwache Opaleszenz eintreten.

6. Prüfung auf Ammoniumsalze.

1 g Bernsteinsäure soll beim Erwärmen mit 10 ccm Natronlauge (1.3) Ammoniak nicht entwickeln, welches durch feuchtes Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

7. Prüfung auf Schwermetalle.

1 g Bernsteinsäure, in 20 ccm Wasser gelöst, soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

---

*) Entzündung ist zu vermeiden.

8. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Bernsteinsäure in 50 ccm Wasser und titriert unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.059025 g Bernsteinsäure, log. 77103.

Blei,

silberfrei, granuliert und in Blättern.

Bläulichgraue, weiche, auf der Schnittfläche glänzende Körner oder $^1/_2$ bis 1 mm dicke Bleche, welche zur Bestimmung des Silbers und Goldes auf trocknem Wege dienen. Zur Prüfung auf Silber werden in 4 Ansiedescherben je 40 g Blei mit etwas entwässertem Borax im Muffelofen der Ansiedeprobe unterworfen und je 2 der erhaltenen Bleikönige nach der Reinigung in einer Kapelle abgetrieben. Bezüglich der Ausführung wird auf Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage, Band II, S. 246—250 und 254—257 verwiesen.

Bleiacetat.
Plumbum aceticum.

$Pb(CH_3.COO)_2 + 3H_2O$. Molekulargewicht 379.30.

Farblose, durchscheinende, allmählich verwitternde Kristalle, in 2.3 Teilen Wasser löslich.

1. Prüfung auf in Wasser unlösliche Verunreinigungen (Bleicarbonat etc).

Die Lösung von 5 g Bleiacetat in 50 ccm frisch ausgekochtem Wasser sei klar oder höchstens schwach opalisierend.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die wässerige, mit Salpetersäure angesäuerte Lösung (1:30) darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 1 g Bleiacetat in 10 ccm Wasser wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

4. Prüfung auf Salze der Alkalien und alkalischen Erden.

In die Lösung von 10 g Bleiacetat in 200 ccm Wasser wird bis zur vollständigen Ausfällung des Bleis Schwefelwasserstoff eingeleitet und die Flüssigkeit filtriert. Das Filtrat darf nach dem Verdampfen und Glühen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen.

5. Prüfung auf Kupfer, Eisen und Aluminium.

Wird die Lösung von 2 g Bleiacetat in 10 ccm Wasser mit 3 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt und filtriert, und wird das Filtrat mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt, so darf weder Blaufärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

6. Gehaltsbestimmung.

Man löst in einem Meßkolben von 100 ccm Inhalt 5 g Bleiacetat in ausgekochtem Wasser und füllt bis zur Marke auf. 10 ccm dieser Lösung versetzt man in einem Meßkolben von 200 ccm Inhalt mit 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Oxalsäurelösung, schüttelt diese Mischung 5 Minuten lang, füllt alsdann mit Wasser bis zur Marke auf und filtriert. 100 ccm des Filtrats versetzt man mit 10 ccm Schwefelsäure (1.84) und

titriert den Überschuß an $^1/_{10}$ Normal-Oxalsäurelösung bei etwa 80° mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung zurück.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Oxalsäurelösung = 0.018965 g $Pb(CH_3.COO)_2 + 3H_2O$, log. 27795.

Bleichromat.
Plumbum chromicum.

$PbCrO_4$. Molekulargewicht 323.2.

Gelbbraunes Pulver oder braune Stückchen, unlöslich in Wasser, fast vollständig löslich in Salpetersäure und in Ätzalkalien, nicht hingegen in Ammoniaklösung.

1. Prüfung auf wasserlösliche Verunreinigungen.

   50 ccm warmes Wasser (ca. 50°) werden mit 5 g fein gepulvertem Bleichromat 5 Minuten lang geschüttelt und filtriert; das Filtrat darf nach dem Verdampfen und Glühen nicht mehr als 0.001 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf organische Substanzen.

   Das chromsaure Blei soll beim Glühen keine Kohlensäure abgeben.

   Bleichromat, welches zur Elementaranalyse verwendet wird, soll im Sauerstoffstrom schwach geglüht werden, da es nach Ritthausen (Journ. f. prakt. Ch. N. F. Band 25, S. 141) beim Ausglühen an der Luft Kohlenstoff zurückhält, der nur durch Glühen im Sauerstoffstrom verbrannt werden kann.

Bleiessig.
Liquor Plumbi subacetici.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.235—1.240.

Bleiessig reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch, wird hingegen durch Phenolphthaleïnlösung nicht rot gefärbt.

Prüfung auf Kupfer und Eisen.

Werden 10 ccm Bleiessig mit 2 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042) angesäuert und mit Kaliumferrocyanidlösung versetzt, so entsteht ein Niederschlag, der eine rein weiße Farbe haben soll.

Bleioxyd.
Plumbum oxydatum.

PbO. Molekulargewicht 223.20.

Gelbes oder rötlichgelbes Pulver, fast unlöslich in Wasser, löslich in Salpetersäure, Essigsäure und Kalilauge.

1. Prüfung auf in Essigsäure unlösliche Verunreinigungen.

   Übergießt man 2 g Bleioxyd mit 5 ccm Wasser und fügt 10 ccm verdünnte Essigsäure (1.040—1.042) hinzu, so darf keine Gasentwicklung stattfinden. Die Lösung wird einige Minuten lang gekocht und nach dem Erkalten filtriert. Der ungelöste Rückstand darf nach dem Auswaschen und Trocknen bei 100° nicht mehr als 0.005 g betragen.

2. Prüfung auf Carbonat.

   5 g Bleioxyd dürfen beim Erhitzen bis zum Schmelzen nicht mehr als 0.005 g an Gewicht verlieren.

3. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Bleioxyd in 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Prüfung auf Nitrat und Nitrit.

Die Lösung von 1 g Bleioxyd in 5 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042) und 5 ccm Wasser wird mit 0.2 ccm Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

5. Prüfung auf Salze der Alkalien und alkalischen Erden.

In die Lösung von 1 g Bleioxyd in 10 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042) und 50 ccm Wasser wird bis zur vollständigen Ausfällung des Bleis Schwefelwasserstoff eingeleitet und die Flüssigkeit filtriert. Das Filtrat darf nach dem Verdampfen und Glühen nicht mehr als 0.003 g Rückstand hinterlassen.

6. Prüfung auf Kupfer, Eisen und Aluminium.

Wird die Lösung von 2 g Bleioxyd in 10 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 5 ccm Wasser mit 3 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt und filtriert, und wird das Filtrat mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt, so darf weder Blaufärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

Bleisuperoxyd.
Plumbum peroxydatum.

PbO_2. Molekulargewicht 239.2.

1. Bleisuperoxyd, manganfrei.

Dunkelbraunes, amorphes Pulver, welches in Wasser unlöslich ist. Das Präparat enthält 97.5—99 % Bleisuperoxyd.

1. Prüfung auf Chlorid.

Eine Mischung von 60 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) wird mit 5 g Bleisuper-

oxyd zum Sieden erhitzt und sodann filtriert. Werden 30 ccm des Filtrats mit Silbernitratlösung versetzt, so darf die Flüssigkeit höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

5 g Bleisuperoxyd werden mit 30 ccm einer kalt gesättigten, wässerigen Lösung von Natriumbicarbonat 3—4 Stunden lang unter häufigem Umschütteln behandelt. Sodann wird filtriert, das Filtrat mit Salzsäure angesäuert, die Lösung 10 Minuten lang gekocht und mit 2 ccm Baryumchloridlösung versetzt. Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf wasserlösliche Verunreinigungen (Bleinitrat usw.).

60 ccm Wasser werden mit 2 g Bleisuperoxyd zum Sieden erhitzt und filtriert; 40 ccm des Filtrates dürfen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

4. Prüfung auf Kalk und Alkalien.

2 g Bleisuperoxyd werden in einer Mischung von 25 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 200 ccm Wasser unter Erwärmen gelöst. Die Lösung wird zur Entfernung des Chlors 10 Minuten lang gekocht und sodann mit Schwefelwasserstoffgas übersättigt. Der Niederschlag wird abfiltriert, das Filtrat eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Das Gewicht des Glührückstandes darf nicht mehr als 0.01 g betragen.

5. Prüfung auf Mangan.

5 g Bleisuperoxyd werden mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure bis zur vollständigen Zersetzung erwärmt. Die erkaltete Masse wird in 20 ccm Wasser eingetragen und mit 0.5 g Bleisuperoxyd versetzt. Erwärmt man nun neuerdings, so darf die Flüssigkeit keine rote Farbe annehmen.

6. Gehaltsbestimmung.

Man fügt zu 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Oxalsäurelösung und 25 ccm Salpetersäure (1.150—1.152), welche sich in einer Porzellanschale befinden, 0.5 g fein gepulvertes Bleisuperoxyd und erwärmt solange, bis vollständige Zersetzung eingetreten ist. Man neutralisiert die Lösung mit Natronlauge (1.3), säuert nach dem Verdünnen mit 200 ccm Wasser mit 10 ccm Schwefelsäure (1.84) an und titriert die auf etwa 80° erwärmte Mischung mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung bis zur schwachen Rosafärbung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Oxalsäurelösung = 0.01196 g Bleisuperoxyd, log. 07773.

2. Bleisuperoxyd, für Elementaranalyse nach Dennstedt*).

Dunkelbraunes, amorphes Pulver, welches in Wasser unlöslich ist.

Die Prüfungen auf Chlorid, Kalk und Alkalien, sowie die Gehaltsbestimmung werden ausgeführt, wie bei Bleisuperoxyd (manganfrei) beschrieben wurde.

1. Prüfung auf Sulfat.

50 ccm Natriumcarbonatlösung (20 prozentig) werden mit 25 g Bleisuperoxyd eine Stunde lang unter häufigem Umschütteln auf dem Wasserbade

---

*) Literatur: M. Dennstedt, Z. f. analyt. Ch. 1902, S. 525; M. Dennstedt u. F. Hassler, Z. f. analyt. Ch. 1903, S. 417; M. Dennstedt, Chem.-Ztg. 1904, S. 35; H. Hermann, Z. f. analyt. Ch. 1905, S. 686; M. Dennstedt, Z. f. analyt. Ch. 1906, S. 26; H. Hermann, Z. f. analyt. Ch. 1906, S. 236; M. Dennstedt, B. B. 1908, S. 600; M. Dennstedt u. F. Hassler, Chem.-Ztg. 1909, S. 133; M. Dennstedt, Chem.-Ztg. 1909, S. 769; E. Müller u. B. Diethelm, Z. f. angew. Ch. 1910, S. 2118; H. Weil, B. B. 1910, S. 149; M. Dennstedt u. F. Hassler, B. B. 1910, S. 1197. Eine ausführliche Anleitung zur vereinfachten Elementaranalyse nach Prof. M. Dennstedt ist im Verlage von O. Meißner in Hamburg erschienen.

erwärmt und sodann filtriert. Der Rückstand wird mit 50 ccm heißem Wasser ausgewaschen, das Filtrat mit Salzsäure angesäuert, 10 Minuten lang gekocht und mit 2 ccm Baryumchloridlösung versetzt. Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

2. Prüfung auf Nitrat.

Eine Mischung von 5 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042) und 10 ccm Wasser wird mit 1 g Bleisuperoxyd zum Sieden erhitzt und filtriert. Das Filtrat wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

3. Prüfung auf Carbonat.

Übergießt man 5 g Bleisuperoxyd mit Salpetersäure (1.150—1.152), so darf keine, auch nicht durch die Lupe erkennbare Gasentwicklung eintreten.

Bleisuperoxyd, gekörntes nach Prof. F. Pregl.

Plumbum peroxydatum granulatum.

Nach Vorschrift von Prof. F. Pregl dargestelltes Präparat, welches für Elementaranalysen verwendet wird.

Literatur: B. B. 1905, S. 1434; Pregl, Die quantitative organische Mikroanalyse 1917, S. 24.

Borsäure, geschmolzen (Bortrioxyd) für Silikatanalyse nach Prof. Jannasch *). Acidum boricum fusum.

B_2O_3. Molekulargewicht 69.80.

Spröde, glasartige, hygroskopische Stücke.

Prüfung auf Kieselsäure, Alkalien etc.

Man bringt 5 g des gepulverten**) Borsäureanhydrids in eine gewogene Platinschale, fügt 50 ccm Methylalkoholsalzsäure***) hinzu, rührt mit einem Platindraht um, bis sich alles gelöst hat, und dampft die Flüssigkeit, nachdem man die Platinschale auf eine Asbestplatte gesetzt hat, bei kleiner Flamme ein. Einen etwa bleibenden Rückstand behandelt man neuerdings mit 25 ccm Methylalkoholsalzsäure, verdampft wieder zur Trockene und glüht schwach. Ein wägbarer Glührückstand darf nicht verbleiben†).

*) Literatur: P. Jannasch und O. Heidenreich, Z. f. anorg. Ch. 1896, S. 211; referiert in Z. f. analyt. Ch. 1897, S. 382.

**) Borsäureanhydrid muß im Achatmörser gepulvert werden, da beim Zerreiben der sehr harten Stücke im Porzellanmörser leicht eine Verunreinigung des Präparates erfolgen kann.

***) Die Methylalkoholsalzsäure wird hergestellt, indem man reinen, wasserfreien Methylalkohol unter Abkühlung mit völlig getrocknetem Salzsäuregas, welches man am einfachsten durch Eintropfen von konzentrierter Schwefelsäure in konzentrierte Salzsäure erhält, sättigt. Die Methylalkoholsalzsäure verliert bei längerem Stehen ihre ursprüngliche Wirkungskraft.

†) Wenn nach der zweiten Behandlung mit Methylalkoholsalzsäure und Glühen ein Rückstand verbleiben sollte, so wird man denselben, um sicher zu sein, daß er nicht aus Borsäureanhydrid besteht, noch ein drittes Mal mit Methylalkoholsalzsäure behandeln.

Borsäure nach Sörensen*).
Acidum boricum cryst. nach Sörensen.

H_3BO_3. Molekulargewicht 61.92.

Farblose, glänzende, schuppenförmige, fettig anzufühlende Kristalle. Beim Erhitzen auf ungefähr 70° findet Bildung von Metaborsäure statt. Bei höherer Temperatur (etwa 160°) entsteht unter weiterem Wasserverlust eine glasige Masse, die sich bei starkem Erhitzen aufbläht, allmählich ihr gesamtes Wasser verliert und Borsäureanhydrid zurückläßt.

Borsäure löst sich in 25 Teilen Wasser von 15° und in 3 Teilen siedendem Wasser, in etwa 25 Teilen Alkohol und in Glycerin.

1. Prüfung auf Sulfat nnd Chlorid.

   20 g Borsäure werden in einem Kolben von Jenaer Glas mit 100 ccm ausgekochtem Wasser auf dem Wasserbade bis zur vollständigen Lösung erwärmt. Nach Abkühlung der Lösung, zuletzt in Eiswasser, wobei der größte Teil der Borsäure wieder ausfällt, wird filtriert und abgesaugt. Je 20 ccm des Filtrates dürfen nach Zusatz von 2 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) weder durch Baryumnitratlösung, noch durch Silbernitratlösung verändert werden.

2. Prüfung auf Basen und fremde Säuren.

   Man pipettiert in 3 Reagensgläser je 5 ccm des Filtrates ab und gibt zu jeder Probe 2 Tropfen einer wässerigen Methylorangelösung (0.1 : 1000.0), wodurch alle 3 Proben orange gefärbt werden sollen. Fügt man jetzt zu der einen Probe einen Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Natronlauge, so muß sie dadurch gelb werden, während ein Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure, zu einer anderen der Proben gefügt, diese ausgesprochen rot färben muß.

---

*) Sörensen, Biochemische Zeitschrift 1909, Band 21, S. 172.

3. Prüfung auf durch Fluorwasserstoffsäure nicht flüchtige Verunreinigungen.

20 ccm des Filtrates, entsprechend 4 g Borsäure, werden in einem gewogenen Platintiegel eingedampft, mit etwa 10 g Fluorwasserstoffsäure (40 %) und etwa 5 ccm Schwefelsäure (1.84) versetzt, dann wieder eingedampft, geglüht und gewogen. Das Gewicht des Glührückstandes (nötigenfalls für den Gehalt der Fluorwasserstoffsäure an nicht flüchtigen Stoffen korrigiert), darf nicht mehr als 0.002 g betragen.

Brom.
Bromum.

Br. Atomgewicht 79.92.

Dunkelrotbraune, fast schwarze Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 3.14, die bei ungefähr 63° siedet.

Brom löst sich in etwa 30 Teilen Wasser, leicht in Alkohol, Äther, Chloroform und Schwefelkohlenstoff.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

5 g Brom sollen nach dem Verdampfen auf dem Wasserbade keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf organische Bromverbindungen (Bromoform, Tetrabromkohlenstoff) und Schwefelsäure.

2 g Brom sollen sich in einer Mischung von 10 ccm Natronlauge (1.168—1.172)*) und 10 ccm Wasser vollkommen klar lösen; nach 6stündigem Stehen darf Abscheidung von öligen Tröpfchen nicht erfolgt sein. Wird die Flüssigkeit sodann mit Salzsäure angesäuert und gekocht, bis das

*) Bereitet aus Natriumhydroxyd, reinst aus Natrium.

Brom entfernt ist, so darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung innerhalb 5 Minuten keine Veränderung eintreten.

3. Prüfung auf Jod.

Die Lösung von 1 g Brom in 40 ccm Wasser soll, mit 4 g Eisenpulver einige Minuten geschüttelt, ein Filtrat geben, welches nach Zusatz von Eisenchloridlösung durch Stärkelösung nicht gebläut wird.

4. Bestimmung des Gehaltes an Chlor.

Ein Meßkölbchen von 250 ccm Inhalt, welches eine Lösung von 15 g Kaliumjodid in 30 ccm Wasser enthält, wird auf der analytischen Wage tariert und nach Zusatz von ungefähr 1 ccm wasserfreiem Brom gewogen. Nachdem das Jod vollständig gelöst ist, füllt man mit Wasser bis zur Marke auf, schüttelt gut um und titriert 25 ccm der Flüssigkeit mit $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

Ist A die Menge des angewendeten Broms, j die Menge des ausgeschiedenen Jods und x die Menge des in A vorhandenen Chlors, so ergibt sich letzteres als:

$$x = \frac{j - 1.588 \cdot A}{1.9912}$$

Die Menge Brom beträgt dann A — x.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.012692 g Jod, log. 10352.

Bromwasser.
Aqua bromata.

Eine gesättigte, wässerige Lösung von Brom. 100 Teile enthalten ca. 3 Teile Brom.

1. Prüfung auf Schwefelsäure.

50 ccm Bromwasser werden nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und Baryumchlorid-

lösung bis zur vollständigen Entfernung des Broms gekocht; nach einstündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

2. Bestimmung des Gehaltes an Brom.

Man läßt 10 g Bromwasser in eine Lösung von 5 g Kaliumjodid in 100 ccm Wasser einfließen und titriert nach halbstündigem Stehen im verschlossenen Glase mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.007992 g Brom, log. 90266.

Bromwasserstoffsäure.
Acidum hydrobromicum.

H Br. Molekulargewicht 80.93.

Klare, farblose oder schwach gelb gefärbte Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.38, welche ca. 40 % Bromwasserstoff enthält.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

10 g Bromwasserstoffsäure sollen nach dem Verdampfen auf dem Wasserbade nicht mehr als 0.001 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Arsen.

Eine Mischung von 1 ccm Bromwasserstoffsäure und 3 ccm Zinnchlorürlösung soll im Laufe einer Stunde keine dunklere Färbung annehmen.

3. Prüfung auf Schwefelsäure.

Werden 5 ccm Bromwasserstoffsäure mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf innerhalb 15 Stunden eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgen.

4. Prüfung auf Salzsäure.

0.2 ccm Bromwasserstoffsäure werden nach dem Verdünnen mit 4 ccm Wasser mit 15 ccm $^1/_{10}$ Normal-

Silbernitratlösung versetzt. Sodann fügt man 6 ccm Ammoniumcarbonatlösung hinzu (1 Teil Ammoniumcarbonat, 1 Teil Ammoniaklösung [0.96] und 3 Teile Wasser), schüttelt 5 Minuten und filtriert. Das Filtrat darf nach dem Ansäuern mit Salpetersäure höchstens eine schwache Trübung zeigen.

5. Prüfung auf Jodwasserstoffsäure.

a) Man fügt zu einem Gemisch von 0.3 ccm Bromwasserstoffsäure, 5 ccm Wasser und 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) 0.1 ccm Silbernitratlösung (1 : 20). Die Mischung soll nach dem Umschütteln klar sein oder darf höchstens nur so getrübt sein, daß ihre Durchsichtigkeit in einem ca. 2 cm weiten Reagenzglase nicht vollständig gestört wird.

b) Werden 5 ccm Bromwasserstoffsäure mit 1 Tropfen Eisenchloridlösung versetzt und mit 5 ccm Chloroform geschüttelt, so darf letzteres sich nicht violett färben.

6. Prüfung auf phosphorige Säure und Phosphorsäure.

Man erhitzt 1 ccm Bromwasserstoffsäure mit 1 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) zum Sieden, versetzt das Gemisch nach dem Erkalten mit 4 ccm Ammoniaklösung (0.96) und fügt 5 ccm Magnesiamischung*) hinzu. Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung erfolgt sein.

7. Prüfung auf Schwermetalle.

a) Eine Mischung von 10 ccm Bromwasserstoffsäure und 40 ccm Wasser darf beim Einleiten von Schwefelwasserstoff nicht verändert werden.

b) 10 ccm Bromwasserstoffsäure werden mit 10 ccm Wasser verdünnt, mit 15 ccm Ammoniaklösung

---

*) 110 g kristallisiertes Magnesiumchlorid und 140 g Ammoniumchlorid werden in 1300 g Wasser gelöst und 700 g Ammoniaklösung (0.96) zugesetzt.

(0.96) und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung versetzt. Es darf weder Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

c) 5 ccm Bromwasserstoffsäure, mit 25 ccm Wasser verdünnt, sollen nach Zusatz von Kaliumrhodanidlösung keine rötliche Färbung zeigen.

8. Prüfung auf Kalk.

10 ccm Bromwasserstoffsäure und 10 ccm Wasser werden mit 15 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung versetzt. Nach 2stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Niederschlag erfolgt sein.

9. Gehaltsbestimmung.

5 g Bromwasserstoffsäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Normal-Kalilauge unter Anwendung von Methylorange als Indikator titriert. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 24.6 ccm Normal-Kalilauge erforderlich sein.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.08093 g Bromwasserstoff, log. 90806.

Brucin.
Brucinum cryst.

$C_{23}H_{26}N_2O_4 + 2H_2O$.*) Molekulargewicht 430.26.

Kleine, weiße Kristalle, welche sich schwer in kaltem, leichter in siedendem Wasser lösen. Brucin ist leicht löslich in Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) und in Chloroform. Die wässerige Lösung des Brucins reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch und dreht die Ebene des polarisierten Lichtes nach links. Das bei 100° getrocknete Brucin schmilzt bei 178°.

*) Brucin kristallisiert auch mit 4 Molekülen Wasser und löst sich dann in 320 Teilen kaltem oder 150 Teilen siedendem Wasser.

1. Bestimmung des Wassergehaltes.

1 g Brucin soll beim Trocknen bei 100° nicht mehr als 0.084 g verlieren.

2. Prüfung auf Salpetersäure.

0.01 g Brucin soll sich in 5 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure*) farblos oder höchstens mit kaum sichtbarer, schwach rosa Färbung lösen.

3. Gehaltsbestimmung.

0.25 g Brucin werden mit 50 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) gelöst und unter Anwendung von Lackmoid als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen 5.8 ccm verbraucht werden.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure = 0.043026 g Brucin, log. 63373.

Cadmiumacetat**).
Cadmium aceticum.

$Cd(CH_3COO)_2 + 2H_2O$. Molekulargewicht 266.48.

Weiße, nach Essigsäure riechende Kristalle, die sich fettig anfühlen und in Wasser und Alkohol leicht löslich sind. Diese Lösungen reagieren gegen Lackmuspapier schwach sauer.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 5 g Cadmiumacetat in 100 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) durch Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden nicht verändert werden.

---

*) Die Schwefelsäure ist mit Diphenylamin auf Abwesenheit von Salpetersäure zu prüfen.

**) Cadmiumacetat findet Verwendung zur Bestimmung des Schwefels in Eisen, siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage, Band II, S. 222, ferner Merck's Reag.-Verz. 1916, S. 181 und 335.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Cadmiumacetat in 20 ccm Wasser darf nach dem Ansäuern mit Salpetersäure und Zusatz von Silbernitratlösung höchstens eine ganz schwache Opaleszenz zeigen.

3. Prüfung auf Nitrat.

Versetzt man die Lösung von 1 g Cadmiumacetat und einem Kriställchen Natriumchlorid in 20 ccm Wasser mit 1 Tropfen Indigolösung (1 : 1000) und 10 ccm Schwefelsäure (1.84), so darf die blaue Farbe der Flüssigkeit beim Umschütteln nicht verschwinden.

4. Prüfung auf Blei, Kupfer usw.

Man versetzt die Lösung von 3 g Cadmiumacetat und 0.5 g Kaliumjodid in 80 ccm Wasser mit 20 ccm Essigsäure (1.040—1.042). Nach 48stündigem Stehen soll die Lösung unverändert sein oder darf höchstens eine ganz schwache Gelbfärbung zeigen.

5. Prüfung auf durch Kupfersulfat fällbare Verunreinigungen.

Versetzt man die Lösung von 1 g Cadmiumacetat in 30 ccm Wasser und 10 ccm Eisessig mit einer Lösung von 1.5 g Kupfersulfat in 10 ccm Wasser und 1.5 ccm Schwefefsäure (1.84), so darf keine Veränderung eintreten.

Cadmiumborowolframat in Lösung.
Cadmium boro-wolframicum solutum.

Gelbliche oder hellbraune Flüssigkeit, deren spezifisches Gewicht 3.28 betragen muß; sie soll klar sein.

Cadmium-Kalium-jodid.
Cadmium-Kalium jodatum.

Weißes Pulver, in Wasser und in Alkohol leicht löslich. Cadmium-Kalium-jodid nimmt beim Aufbewahren leicht eine schwach gelbe Farbe an.

1. Prüfung auf fremde Metalle.

   a) 1 g Cadmium-Kalium-jodid wird in 20 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit 2 ccm Kalilauge (1.138 bis 1.140) versetzt und filtriert; das Filtrat darf mit Schwefelwasserstoff keinen Niederschlag geben, auch nicht nach dem Ansäuern mit Salzsäure.

   b) 1 g Cadmium-Kalium-jodid wird in 30 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt. Nach dem Umschütteln soll die Flüssigkeit klar und farblos sein.

2. Prüfung auf Sulfat.

   Die mit Salzsäure angesäuerte, wässerige Lösung (1:20) soll durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Jodsäure.

   Die mit ausgekochtem Wasser frisch bereitete Lösung (1:20) darf sich auf Zusatz von Stärkelösung und 2 oder 3 Tropfen verdünnter Schwefelsäure nicht sofort blau färben.

Calciumcarbonat. Kohlensaurer Kalk.
Calcium carbonicum praec.

$Ca\,CO_3$. Molekulargewicht 100.07.

Weißes, mikrokristallinisches Pulver, in ausgekochtem Wasser unlöslich, etwas löslich in kohlensäurehaltigem Wasser.

1. Prüfung auf Löslichkeit in Salzsäure, Salpetersäure und Essigsäure.

   5 g Calciumcarbonat sollen von 25 ccm Salzsäure (1.124—1.126) oder 25 ccm Salpetersäure (1.150 bis 1.152) oder 60 ccm verdünnter Essigsäure (1.040 bis 1.042) vollständig gelöst werden. Die Lösungen sollen klar und farblos sein.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

   Die Lösung von 5 g Calciumcarbonat in 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 25 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von Ammoniaklösung im Überschuß und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf weder eine grüne Färbung noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

3. Prüfung auf Magnesia.

   1 g Calciumcarbonat wird in 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 5 ccm Wasser gelöst. Zu dieser Lösung fügt man 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung im Überschuß, läßt 5 Stunden stehen, filtriert und versetzt das Filtrat mit Natriumphosphatlösung. Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung erfolgt sein.

4. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Calciumcarbonat in 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 25 ccm Wasser wird ungefähr 5 Minuten lang gekocht und mit Baryumchloridlösung versetzt. Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

5. Prüfung auf Chlorid.

   Wird 1 g Calciumcarbonat in 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 25 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit Silbernitratlösung versetzt, so darf keine Veränderung eintreten.

6. Prüfung auf Phosphat.

Die Lösung von 10 g Calciumcarbonat in 50 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) darf nach Zusatz von 25 ccm Ammoniummolybdatlösung innerhalb 15 Stunden bei ca. 40° Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht zeigen.

7. Prüfung auf Alkalien und Ätzkali.

Man erhitzt 5 g Calciumcarbonat mit 50 ccm Wasser zum Sieden und filtriert. Das Filtrat darf gegen Lackmus nicht alkalisch reagieren und nach dem Verdampfen und Glühen höchstens 0.001 g Rückstand hinterlassen.

Calciumchlorid, kristallisiert. Calcium chloratum cryst.

$CaCl_2 + 6H_2O$. Molekulargewicht 219.09.

Farblose, an der Luft zerfließende Kristalle, leicht löslich in Wasser oder Alkohol. Die Lösungen (1:10) reagieren gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf in absolutem Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

2 g Calciumchlorid sollen in 20 ccm absolutem Alkohol vollständig löslich sein.

2. Prüfung auf Sulfat.

Die mit 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) angesäuerte Lösung von 2 g Calciumchlorid in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

3. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 1 g Calciumchlorid in 10 ccm Wasser wird mit einem Tropfen Indigolösung

(1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt (Vorsicht! starke Chlorwasserstoffentwicklung); die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

4. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Werden 2 g Calciumchlorid mit 10 ccm Natronlauge gekocht, so darf sich Ammoniak nicht entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

5. Prüfung auf Baryt.

Die wässerige Lösung von 2 g Calciumchlorid in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 20 ccm Gipswasser innerhalb 3 Stunden nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 2 g Calciumchlorid in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf weder eine grüne Färbung noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

7. Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt sodann eine Lösung von 5 g Calciumchlorid in 20 ccm Wasser in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

8. Prüfung auf Alkalien.

Man fällt aus der Lösung von 5 g Calciumchlorid in 100 ccm Wasser das Calcium in der Hitze mit

einer heißen Lösung von 5 g Ammoniumoxalat in 50 ccm Wasser unter Zusatz von 1—2 ccm Ammoniaklösung (0.96) und filtriert nach 12stündigem Stehen. Das Filtrat darf nach dem Eindampfen und Glühen höchstens 0.005 g Rückstand hinterlassen.

Calciumchlorid, getrocknet, granuliert.
Calcium chloratum siccum granulatum.

$CaCl_2 + aq$. Molekulargewicht 110.99.

Weiße, granulierte, poröse Massen von Erbsengröße, die vorzugsweise zum Trocknen von Gasen verwendet werden.

1. Prüfung auf neutrale Reaktion.

   Die Lösung von 10 g granuliertem Calciumchlorid in 100 ccm Wasser darf durch Phenolphthaleïnlösung nicht oder nur äußerst schwach gerötet werden; jedenfalls muß eingetretene Rotfärbung auf Zusatz von 0.1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure verschwinden.

2. Prüfung auf Arsen.

   Dieselbe wird ausgeführt wie bei dem kristallisierten Calciumchlorid beschrieben wurde.

3. Bestimmung des Wassergehaltes.

   1 g gepulvertes Calciumchlorid wird in einem Porzellantiegel schwach geglüht. Der Gewichtsverlust soll nicht mehr als 30 % betragen.

Calciumchlorid, geschmolzen.
Calcium chloratum fusum.

$CaCl_2$. Molekulargewicht 110.99.

Weiße, kristallinische Massen. Das geschmolzene Calciumchlorid dient hauptsächlich zum Trocknen von Flüssigkeiten, z. B. Äthern, Estern, ätherischen Ölen, Kohlenwasserstoffen und dergleichen.

Calciumhydroxyd, Kalkhydrat. Calcaria hydrica.

$Ca(OH)_2$. Molekulargewicht 74.09.

Weißes, trockenes Pulver.

Die Prüfung wird ausgeführt wie bei Calciumoxyd aus Marmor angegeben ist.

Calciumoxyd. Ätzkalk. Gebrannter Kalk. Calcium oxydatum causticum.

CaO. Molekulargewicht 56.07.

1. Aus Marmor.

Weiße Stücke von körniger Struktur. Der gebrannte Kalk soll beim Befeuchten mit der Hälfte seines Gewichtes Wasser sich stark erhitzen und zu pulverförmigem, gelöschtem Kalk zerfallen. Mit 3 bis 4 Teilen Wasser gibt der gelöschte Kalk einen dicken, gleichmäßigen Brei. Calciumoxyd ist löslich in etwa 800 Teilen kaltem oder 1300 Teilen siedendem Wasser. .

1. Prüfung auf Carbonat, Silikat, Tonerde und Sulfat.

   5 g Calciumoxyd werden mit 10 ccm Wasser befeuchtet; der erhaltene Brei soll sich in 30 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) ohne starkes Aufbrausen fast vollständig lösen. Die Lösung wird mit 20 ccm Wasser verdünnt und filtriert. (Der ungelöste Rückstand darf nach dem Auswaschen und Glühen höchstens 0.005 g betragen.) 25 ccm des Filtrats werden mit Baryumchloridlösung versetzt; die Flüssigkeit darf innerhalb 10 Minuten nicht verändert werden. 25 ccm des Filtrats werden mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt, wobei

höchstens eine sehr geringe flockige Abscheidung erfolgen darf.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Calciumoxyd in 10 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 10 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Aus Doppelspat.

Weiße Stücke von der Form der Doppelspat-Kristalle.

1. Prüfung auf Carbonat, Silikat und Sulfat.

3 g Calciumoxyd werden mit 10 ccm Wasser befeuchtet; der erhaltene Brei soll sich in 15 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) ohne Aufbrausen vollständig lösen. Die Lösung wird mit 50 ccm Wasser verdünnt, zum Sieden erhitzt und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf höchstens eine kaum sichtbare, unwägbare Menge von Baryumsulfat wahrnehmbar sein.

2. Prüfung auf Phosphat.

Die Lösung von 3 g Calciumoxyd in 25 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 10 ccm Wasser darf nach Zusatz von 25 ccm Ammoniummolybdatlösung innerhalb 15 Stunden bei ca. 40^0 Abscheidung eines gelben Niederschlags nicht zeigen.

3. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 3 g Calciumoxyd in 25 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und 10 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Calciumoxyd in 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 10 ccm Wasser darf nach Zusatz von 0.5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht sofort gebläut werden.

Calciumphosphat, primäres.
Monocalciumphosphat.
Calcium phosphoricum acidum.

$Ca(H_2PO_4)_2 + H_2O$. Molekulargewicht 252.2.

Farblose, glänzende Blättchen, die an der Luft leicht zerfließen.

Monocalciumphosphat löst sich in viel Wasser scheinbar unzersetzt, mit wenig Wasser übergossen, scheidet es ein amorphes, calciumreicheres Salz unter Bildung einer stark sauer reagierenden Lösung aus.

Wird die wässerige Lösung des primären Calciumphosphats (1:50) zum Kochen erhitzt, so erfolgt Abscheidung eines Niederschlages.

1. Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt sodann eine Lösung von 2 g primärem Calciumphosphat in 5 ccm Salzsäure (1.124–1.126) und 15 ccm Wasser in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g primärem Calciumphosphat in 5 ccm Salpetersäure (1.150–1.152) und 15 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Monocalciumphosphat in 5 ccm Salzsäure (1.124–1.126) und 20 ccm Wasser darf durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Calciumphosphat in 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 15 ccm Wasser soll nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser und 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) einen rein weißen Niederschlag abscheiden.

5. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Calciumphosphat in 5 ccm Normal-Salzsäure, verdünnt diese Lösung mit 200 ccm Wasser und neutralisiert dieselbe mit Normal-Kalilauge und Methylorange als Indikator. Zu dieser Lösung gibt man 50 ccm neutrale Calciumchloridlösung (1 : 10) und titriert mit Normal-Kalilauge und Phenolphthaleïn als Indikator.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.06305 g $Ca(H_2PO_4)_2 + H_2O$*), log. 79969.

Calciumphosphat, sekundäres.
Dicalciumphosphat.
Calcium phosphoricum bibasicum.

$CaHPO_4 + 2H_2O$. Molekulargewicht 172.15.

Weißes, kristallinisches, in Salzsäure, Salpetersäure und Phosphorsäure ohne Aufbrausen leicht lösliches Pulver. In Wasser ist sekundäres Calciumphosphat sehr schwer löslich.

Dicalciumphosphat löst sich in siedendem Wasser nicht unverändert; es entsteht eine sauer reagierende Flüssigkeit neben einem amorphen Rückstand, dessen Zusammensetzung sich der des neutralen Salzes nähert.

1. Prüfung auf Arsen.

Dieselbe wird ausgeführt wie beim primären Calciumphosphat beschrieben wurde; es ist eine

*) $Ca(H_2PO_4)_2 + 2CaCl_2 + 4KOH = Ca_3(PO_4)_2 + 4KCl + 4H_2O$.

Lösung von 2 g Dicalciumphosphat in 5 ccm Salzsäure (1.124–1.126) und 15 ccm Wasser zu verwenden.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g sekundärem Calciumphosphat in 5 ccm Salpetersäure (1.150–1.152) und 15 ccm Wasser darf durch Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Dicalciumphosphat in 5 ccm Salzsäure (1.124–1.126) und 15 ccm Wasser soll nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser und 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) einen rein weißen Niederschlag abscheiden.

4. Prüfung auf Sulfat.

Wird 1 g Dicalciumphosphat mit 20 ccm Wasser geschüttelt und filtriert, so darf das mit 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und Baryumchloridlösung versetzte Filtrat innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

5. Prüfung auf Glührückstand.

100 Teile sekundäres Calciumphosphat sollen nach dem Glühen 74–75 Teile Rückstand hinterlassen*).

6. Gehaltsbestimmung.

a) Man löst 1 g Calciumphosphat in 30 ccm Normal-Salzsäure, verdünnt diese Lösung mit 200 ccm Wasser und titriert den Überschuß an Normal-Salzsäure mit Normal-Kalilauge und Methylorange als Indikator zurück**).

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.17215 g $CaHPO_4 + 2H_2O$**), log. 23590.

---

*) Beim Glühen geht sekundäres Calciumphophat in Calciumpyrophosphat über, wobei es 26.12% Wasser verliert.

**) $2CaHPO_4 + 2HCl = Ca(H_2PO_4)_2 + CaCl_2$.

b) Diese Lösung wird nach Zusatz von 50 ccm neutraler Calciumchloridlösung (1 : 10) mit Normal-Kalilauge und Phenolphthaleïn als Indikator titriert.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.086075 g $CaHPO_4 + 2H_2O$*), log. 93487.

Calciumphosphat, tertiäres. Tricalciumphosphat. Calcium phosphoricum tribasicum.

$Ca_3(PO_4)_2$. Molekulargewicht 310.29.

Weißes, amorphes Pulver, unlöslich in kaltem Wasser. Durch siedendes Wasser wird das tertiäre Calciumphosphat allmählich in ein unlösliches basisches Salz und in ein lösliches saures Salz zersetzt. In Salz- und Salpetersäure ist es leicht löslich.

1. Prüfung auf Arsen.

Dieselbe ist auszuführen wie beim primären Calciumphosphat beschrieben wurde; es ist eine Lösung von 2 g Tricalciumphosphat in 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 15 ccm Wasser zu verwenden.

2. Prüfung auf Sulfat.

Wird 1 g Tricalciumphosphat mit 20 ccm Wasser geschüttelt und filtriert, so darf das mit 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und Baryumchloridlösung versetzte Filtrat innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

3. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Tricalciumphosphat in 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 15 ccm Wasser

*) $Ca(H_2PO_4)_2 + 2CaCl_2 + 4KOH = Ca_3(PO_4)_2 + 4KCl + 4H_2O$.

darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Tricalciumphosphat in 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 15 ccm Wasser soll nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser und 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) einen rein weißen Niederschlag abscheiden.

5. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Tricalciumphosphat in 30 ccm Normal-Salzsäure, verdünnt diese Lösung mit 200 ccm Wasser und titriert den Überschuß an Normal-Salzsäure mit Normal-Kalilauge und Methylorange als Indikator zurück.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.07757 g $Ca_3(PO_4)_2$, log. 88969.

Calciumsulfat. Gips.
Calcium sulfuricum praec.

$CaSO_4 + 2H_2O$. Molekulargewicht 172.17.

Feines, weißes Pulver, schwer löslich in Wasser (ca. 1:500).

Prüfung auf Eisen, Magnesia und Alkalien.

2 g Calciumsulfat sollen beim Erwärmen mit 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 100 ccm Wasser eine klare Lösung geben, welche nach Zusatz von 15 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung keine grünliche oder dunkle Färbung annehmen darf. Die Lösung, gleichviel, ob ein Niederschlag von Calciumsulfat in derselben entstanden ist oder nicht, wird mit Ammoniumoxalatlösung in geringem Überschuß versetzt und filtriert. Das Filtrat darf nach dem Eindampfen und Glühen in einer Platinschale höchstens 0,004 g Rückstand hinterlassen.

Carmin I. (Naccarat.)

Feurig-hochrote, spezifisch leichte Stücke, welche leicht zerreibbar sind. Carmin ist unlöslich in Wasser und verdünnten Säuren, dagegen löslich in Ammoniaklösung.

1. Bestimmung des Wassergehaltes.

   1 g Carmin darf beim Trocknen bei 100° nicht mehr als 0.25 g an Gewicht verlieren.

2. Prüfung auf in Ammoniak unlösliche Verunreinigungen.

   0.15 g Carmin sollen sich in einer Mischung von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und 20 ccm Wasser fast vollständig zu einer violettrot gefärbten Flüssigkeit lösen; es dürfen nur wenige Flöckchen ungelöst bleiben.

3. Ermittelung des Aschengehaltes.

   0.25 g Carmin sollen nach dem vorsichtigen Verbrennen im Porzellantiegel nicht mehr als 0.020 g Rückstand hinterlassen; der Geruch, der beim Verbrennen des Carmins auftritt, ist gleich dem, welcher beim Verbrennen von Proteïnsubstanzen wahrnehmbar ist. Ein Geruch nach Brom würde eine Verfälschung mit Eosinlack und Phenolgeruch eine solche mit Päoninlack anzeigen.

Anmerkung. Über Verfälschung und Prüfung des Cochenille-Carmins siehe Dinglers polytechniches Journal 1894, Band 294, S. 188. Über die Zusammensetzung des Carmins und der Carminasche siehe Z. f. angew. Ch. 1892, S. 136, oder Z. f. analyt. Ch. 1893, S. 626.

Über die Herstellung von Carminlösungen und Carmintinkturen siehe Merck's Reag.-Verz. IV. Auflage, 1916, S. 478.

Carminfibrin in Glycerin
nach Prof. Grützner.

Dunkel kirschrot gefärbte, krümelige Masse, die nach Vorschrift von Prof. Grützner durch Färben von gewaschenem Blutfibrin mit ammoniakalischer Carminlösung dargestellt wird.

Carminfibrin quillt in 0.1 prozentiger Salzsäure auf, ohne sich zu lösen und ohne etwas von dem Farbstoff abzugeben; gibt man aber zu dem in 0.1 prozentiger Salzsäure aufgequollenen Carminfibrin etwas Pepsin, so wird das Fibrin, je nach Menge und Stärke des zugesetzten Pepsins, in kürzerer oder längerer Zeit gelöst. Die fortschreitende Lösung läßt sich an der zunehmenden Rotfärbung der Flüssigkeit erkennen, in welche der Carminfarbstoff nach Lösung des Fibrins übergeht.

Vor der Verwendung wäscht man das Carminfibrin mit Wasser aus, preßt es mit der Hand ab und läßt es in 0.1 – 0.2 prozentiger Salzsäure vollkommen aufquellen. Das gequollene Fibrin wird mit einer Schere zerkleinert.

Anmerkung. Über die Verwendung des Carminfibrins zur kolorimetrischen Bestimmung von Pepsin siehe Pflügers Archiv für die gesamte Physiologie 1874, S. 452. A. Korn, Inauguraldissertation, Tübingen 1902. Merck's Jahresberichte 1905, S. 48.

Carminsäure.
Acidum carminicum.

$C_{22}H_{22}O_{13}$ Molekulargewicht 494.18.

Purpurbraune, nach dem Zerreiben dunkelrote, amorphe Masse, welche in Wasser und Alkohol leicht löslich ist. In Benzol und Chloroform ist Carminsäure unlöslich.

Carminsäure zeigt keinen konstanten Schmelzpunkt.

1. Prüfung auf Löslichkeit.

   1 g Carminsäure löst sich in 2 ccm Wasser vollständig. Ein Zusatz von 20 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) soll in dieser Lösung keine erhebliche Ausscheidung bewirken.

2. Prüfung auf Empfindlichkeit.

   Man löst 1 g Carminsäure in 100 ccm Wasser. Versetzt man eine Lösung von 5 g Ammoniumchlorid in 50 ccm Wasser mit 1 Tropfen der Carminsäurelösung, so soll nach dem Zufügen von 1 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge der Farbenwechsel von Gelbrot in Violettrot eintreten.

Anmerkung. Über die Verwendung von Carminsäure als Reagenz und für mikroskopische Zwecke siehe Merck's Reagenzien-Verzeichnis IV. Aufl. 1916, S. 489 u. 478.

Chlorkalk-Würfel.
Calcaria chlorata
in Würfeln zur Entwickelung von Chlor.

Weiße Würfel von chlorähnlichem Geruch, die auf Zusatz von Salzsäure Chlor entwickeln.

100 Teile sollen auf Zusatz von Salzsäure mindestens 25 Teile elementares Chlor abgeben.

Ermittelung des Gehaltes an wirksamem Chlor.

5 g der gepulverten Würfel werden in einer Reibschale mit Wasser zu einem feinen Brei verrieben und mit Wasser in einen Meßkolben von 500 ccm Inhalt gespült. 50 ccm der auf 500 ccm verdünnten und gut durchgeschüttelten trüben Flüssigkeit werden mit einer Lösung von 1 g Kaliumjodid in 20 ccm Wasser gemischt und mit 5 ccm Salzsäure (1.124 bis 1.126) versetzt. Das ausgeschiedene Jod wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert, wozu mindestens 35.2 ccm erforderlich sein sollen.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.003546 g Chlor, log. 54 974.

Chloroform.
Chloroformium.

$CHCl_3$. Molekulargewicht 119.39.

Klare, farblose, leicht flüchtige Flüssigkeit, in Wasser nur wenig (etwa 1 : 200) löslich. Mit absolutem Alkohol, Äther, fetten und ätherischen Ölen ist Chloroform in jedem Verhältnis mischbar.

Spezifisches Gewicht 1.485 – 1.489 *).

Siedepunkt 60 – 62°.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   25 ccm Chloroform dürfen nach dem Verdunsten bei gewöhnlicher Temperatur keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlor.

   Werden 20 ccm Chloroform mit 5 ccm Jodzinkstärkelösung geschüttelt, so darf Blaufärbung derselben nicht eintreten.

3. Prüfung auf Salzsäure.

   20 ccm Chloroform werden mit 10 ccm Wasser etwa eine Minute lang geschüttelt; das Wasser soll neutrale Reaktion zeigen und darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

   10 ccm Chloroform werden mit einem Tropfen einer Lösung von 0,01 g Dimethylamidoazobenzol in 10 ccm vollkommen säurefreiem Chloroform versetzt. Das Chloroform darf keine violettrote Farbe annehmen **).

---

*) Chloroform von dem angegebenen spezifischen Gewicht enthält ungefähr 1 Prozent absoluten Alkohol. Durch diesen Zusatz wird die Haltbarkeit des Chloroforms außerordentlich erhöht. Zur Entfernung des Alkohols schüttelt man das Chloroform mit Wasser, sodann mit reiner konzentrierter Schwefelsäure, schließlich mit gekörntem Kaliumcarbonat und destilliert.

**) D. Vorländer (Ber. d. Deutsch. pharm. Ges., 28. Jahrg., S. 385, 1918). Bei Abwesenheit von Salzsäure hat das Chloroform eine gelbliche Farbe. Ein Überschuß von Indikator ist zu vermeiden.

4. Prüfung auf Phosgen.

Werden 10 ccm Chloroform mit klarem Barytwasser überschichtet, so darf sich an der Berührungsfläche der beiden Flüssigkeiten kein weißes Häutchen bilden.

Läßt man eine Lösung von 0,1 g Benzidin in 20 ccm Chloroform in verschlossenem Glasstöpselglase 24 Stunden lang unter völligem Lichtabschluß stehen, so darf höchstens eine schwach gelbe, keineswegs aber citronengelbe Färbung oder Trübung eintreten*).

5. Prüfung auf organische Verunreinigungen.

Werden 20 ccm Chloroform mit 15 ccm konzentrierter Schwefelsäure und 4 Tropfen Formaldehydlösung in einem vorher mit Schwefelsäure gespülten Glasstöpselglase häufig geschüttelt, so darf sich die Schwefelsäure innerhalb einer halben Stunde nicht färben.

6. Prüfung auf Aldehyd.

Werden 10 ccm Chloroform und 10 ccm Kalilauge (1.3) unter häufigem Umschütteln ungefähr eine Minute lang erwärmt, so darf weder Gelb- noch Braunfärbung der Kalilauge eintreten**).

Werden 5 ccm Chloroform und 1 ccm Neßlers Reagens in einem mit Chloroform gespülten Glase gut geschüttelt, so darf innerhalb einer Minute weder rotbraune noch grauschwarze Färbung oder Abscheidung eintreten.

---

*) Th. Budde, Veröffentlichungen aus dem Gebiete des Militär-Sanitätswesens, Heft 55, S. 121, 1913. Mit Hilfe dieser Prüfung wird auch die Anwesenheit von Salzsäure und Chlor nachgewiesen. Salzsäurehaltiges Chloroform gibt mit Benzidin mehr oder weniger starke Trübung, chlorhaltiges Blaufärbung.

**) Der Prüfung auf Aldehyd mit festem Kaliumhydroxyd, welches mehr als 80% KOH enthält, kann nur ein vollkommen alkoholfreies Chloroform entsprechen.

7. Prüfung auf Aceton.

Werden 10 ccm Chloroform mit 5 Tropfen Nitroprussidnatriumlösung (0.5 %ig) und 2 ccm Ammoniaklösung (0,925) geschüttelt, so darf innerhalb 2 Minuten keine amethystähnliche Färbung auftreten.

Anmerkung. Über die Bestimmung des Alkohols im Chloroform siehe Th. Budde, Veröffentlichungen aus dem Gebiete des Militär-Sanitätswesens, Heft 55, S. 116, 1913.

Chlorwasser.
Aqua chlorata.

Klare, blaßgrünlichgelbe Flüssigkeit von starkem Chlorgeruch. Chlorwasser soll ca. 0.4 % Chlor enthalten.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

20 g Chlorwasser, in einer Glasschale auf dem Wasserbade verdampft, sollen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Salzsäure*).

20 g Chlorwasser werden mit ca. 5 g reinem Quecksilber 5 Minuten lang kräftig geschüttelt. Man filtriert, versetzt das Filtrat mit Phenolphthaleïn und läßt Normal-Kalilauge zutropfen, bis Rotfärbung eintritt. Bis zu diesem Punkte sollen nicht mehr als 0.1 ccm Normal-Kalilauge erforderlich sein.

3. Bestimmung des Gehaltes an Chlor.

Man läßt 25 g Chlorwasser in eine Lösung von 1 g Kaliumjodid in 25 ccm Wasser einfließen und titriert nach Zusatz von Stärkelösung mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung. Bis zum Verschwinden der blauen Färbung sollen mindestens 28.2 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung verbraucht werden.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Natriumthiosulfatlösung = 0.003546 g Chlor, log. 54974.

---

*) Jedes einige Zeit aufbewahrte Chlorwasser enthält Salzsäure.

Chlorwasserstoffsäure
siehe
Salzsäure.

Chromsäure-Anhydrid,
reinst, schwefelsäurefrei.
Acidum chromicum puriss. cryst.

CrO_3. Molekulargewicht 100.0.

Dunkelbraunrote, hygroskopische Nadeln, beziehungsweise rhombische Prismen, welche in Wasser sehr leicht löslich sind. Das Präparat ist fast 100prozentig.

1. Prüfung auf Schwefelsäure.

   2 g Chromsäureanhydrid sollen in 20 ccm Wasser klar löslich sein. Versetzt man die Lösung mit 20 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 1 ccm Baryumchloridlösung, so darf nicht sofort Trübung eintreten.

2. Prüfung auf Alkalisalze.

   0.2 g Chromsäureanhydrid werden in einem Porzellantiegel geglüht, der Rückstand wird mit etwa 20 ccm Wasser angerieben und filtriert. Das Filtrat wird auf dem Wasserbade eingedampft, der Rückstand bei 100° getrocknet und gewogen. Das Gewicht des Rückstandes soll nicht mehr als 0.002 g betragen.

3. Gehaltsbestimmung.

   Man löst 1 g Chromsäureanhydrid in 100 ccm Wasser. 10 ccm dieser Lösung werden in einer Glasstöpselflasche von ca. 400 ccm Inhalt mit 100 ccm Wasser verdünnt und mit 5 g Kaliumjodid und 20 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) versetzt. Man läßt die Mischung ca. 10 Minuten lang unter öfterem Umschütteln stehen, verdünnt mit 200 ccm Wasser und titriert mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

   1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.003333 g Chromsäureanhydrid, log. 52284.

Chromsäure-Anhydrid
für Kohlenstoffbestimmungen.
Acidum chromicum cryst.

CrO_3. Molekulargewicht 100.0.

Dunkelbraunrote, hygroskopische Nadeln, beziehungsweise rhombische Prismen, welche in Wasser sehr leicht löslich sind. Das Präparat enthält mindestens 80 Prozent Chromsäureanhydrid.

1. Prüfung auf Kohlenstoffverbindungen.

   Dieselbe wird unter Anwendung einer Lösung von 15 g Chromsäureanhydrid in 150 ccm Wasser und 200 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) in der Weise ausgeführt wie in Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 7. Auflage, II. Band, S. 176, die Ausführung der Bestimmung des Kohlenstoffs in Eisen durch Verbrennung auf nassem Wege beschrieben ist. Das Einschalten einer Waschflasche mit konzentrierter Schwefelsäure zwischen dem Verbrennungsrohr und dem mit glasiger Phosphorsäure gefülltem U-Rohr wird sehr empfohlen.

2. Gehaltsbestimmung.

   Dieselbe wird ausgeführt wie bei Chromsäure-Anhydrid, reinst, schwefelsäurefrei beschrieben worden ist.

Citronensäure.
Acidum citricum albiss. cryst.

$C_6 H_8 O_7 + H_2 O$. Molekulargewicht 210.08.

Farb- und geruchlose, an warmer Luft oberflächlich verwitternde, rhombische Prismen.

Citronensäure löst sich in 0.75 Teilen kaltem, in 0.5 Teilen siedendem Wasser, ferner in 1 Teil Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) und in 50 Teilen Äther.

1. Prüfung auf Oxalsäure.

Wird die Lösung von 1 g Citronensäure in 10 ccm Wasser mit 5 ccm Calciumchloridlösung versetzt, so darf innerhalb einer Stunde keine Veränderung eintreten.

2. Prüfung auf Weinsäure*).

Wird 1 g Citronensäure in 2 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit 10 Tropfen Kaliumacetatlösung (1 : 2) und 5 ccm Alkohol (ca. 95 Gew.-Proz.) versetzt, so darf eine Trübung nicht eintreten. Auch nach zweistündigem Stehen darf keine kristallinische Ausscheidung wahrnehmbar sein.

3. Prüfung auf Weinsäure und Zucker.

Eine Mischung von 1 g Citronensäure und 10 ccm Schwefelsäure (1.84), welche in einem mit Schwefelsäure gespülten Porzellanmörser bereitet worden ist, darf sich höchstens schwach gelb, aber nicht braun färben, wenn sie in einem Reagenzglase 1 Stunde lang im siedenden Wasserbade erwärmt wird.

4. Prüfung auf Schwefelsäure.

20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 10) dürfen durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Kalk.

20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 10) dürfen durch Ammoniumoxalatlösung nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Blei**).

Versetzt man die Lösung von 5 g Citronensäure in 10 ccm Wasser mit 12 ccm Ammoniaklösung (0.96), so darf nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser Dunkelfärbung nicht eintreten.

---

*) Über Reaktionen zum Nachweis von Weinsäure in Citronensäure siehe Merck's Reag.-Verz. 1916, S. 477.

**) Über die quantitative Bestimmung des Bleis in Citronensäure siehe Z. f. analyt. Ch. 1911, S. 123.

7. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   5 g Citronensäure dürfen nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

8. Gehaltsbestimmung.

   Wird die Lösung von 1 g Citronensäure in 30 ccm Wasser unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert, so sollen bis zum Eintritt der Rotfärbung nicht weniger als 14.2 ccm Normal-Kalilauge erforderlich sein.

   1 ccm Normal-Kalilauge = 0.070036 g Citronensäure, log. 84532.

Cobalti-Natrium-nitrit.
Cobalti-Natrium nitrosum.

Orangegelbes, in Wasser leicht lösliches Pulver, welches fast ausschließlich zum Nachweis von Kalium Verwendung findet*).

1. Prüfung auf in Wasser unlösliche Verbindungen.

   1 g Cobalti-Natriumnitrit soll in 10 ccm Wasser vollständig und klar löslich sein.

2. Prüfung auf Empfindlichkeit.

   Läßt man 4 ccm einer wässerigen Cobalti-Natriumnitritlösung (1 : 10) mit 0.05 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumchloridlösung**) und 10 ccm 2 Normal-Natriumchloridlösung***) über Nacht stehen, so soll ein deutlicher gelber Niederschlag wahrnehmbar sein.

---

*) Siehe de Koninck, Z. f. anal. Ch. 20, S. 390; 1881. Biilmann, Z. f. anal. Ch. 39, S. 284; 1900.

**) 7.456 g Kaliumchlorid auf 1000 ccm Wasser.

***) 116.92 g Natriumchlorid auf 1000 ccm Wasser. Der Zusatz von Natriumchloridlösung erfolgt, weil bei Gegenwart von viel Natriumjonen die Empfindlichkeit der Reaktion beeinträchtigt werden kann.

Cobalti-Natrium-nitrit in Lösung. Cobalti-Natrium nitrosum solutum.

Eine Lösung von 10 g Cobaltacetat in 25 ccm Wasser wird mit einer Lösung von 20 g Natriumnitrit in 40 ccm Wasser, welche mit 5 ccm verdünnter Essigsäure (1.040 – 1.042) angesäuert wurde, gemischt.

Cobaltnitrat. Salpetersaures Cobaltoxydul. Cobaltum nitricum pur.

$Co(NO_3)_2 + 6H_2O$. Molekulargewicht 291.08.

Rote, monokline Prismen, welche in feuchter Luft zerfließen und in Wasser und Alkohol leicht löslich sind.

1. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Cobaltnitrat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) durch Baryumchloridlösung nicht getrübt werden.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Die mit Salpetersäure angesäuerte, wässerige Lösung (1:20) darf nach Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

3. Prüfung auf Salze der Alkalien.

   Aus einer Lösung von 2 g Cobaltnitrat in 100 ccm Wasser wird das Cobalt durch Zusatz von Ammoniak- und Schwefelammoniumlösung vollständig ausgefällt. Das Filtrat wird eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Das Gewicht des Glührückstandes soll nicht mehr als 0,005 g betragen.

4. Prüfung auf Zink.

   Man fügt zu einer Lösung von 0.5 g Cobaltnitrat in 50 ccm Wasser 5 ccm Natronlauge (1.3), filtriert und versetzt das Filtrat mit Schwefelammoniumlösung; eine Fällung darf nicht eintreten.

5. Prüfung auf Blei und Kupfer.

Die Lösung von 2 g Cobaltnitrat in 50 ccm Wasser und 2 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

Cobaltnitrat, reinst, nickelfrei.
Salpetersaures Cobaltoxydul, nickelfrei.
Cobaltum nitricum puriss.

$Co(NO_3)_2 + 6 H_2O$. Molekulargewicht 291.08.

Rote, monokline Prismen, welche in feuchter Luft zerfließen und in Wasser und Alkohol leicht löslich sind.

Prüfung auf Nickel.

Man erhitzt die Lösung von 1 g Cobaltnitrat in 100 ccm Wasser mit 3 g Natriumacetat bis fast zum Sieden, gibt darauf 20 ccm einer 1%igen alkoholischen Dimethylglyoximlösung zu, filtriert die Lösung noch heiß und wäscht das Filter mit Wasser aus; es darf auf dem Filter kein roter Niederschlag wahrnehmbar sein.

Die Prüfungen auf Sulfat, Chlorid, Salze der Alkalien, Zink, Blei und Kupfer werden ausgeführt wie bei Cobaltnitrat beschrieben ist.

Cobaltoxyd,
schwefelfrei, zur Schwefelbestimmung in der Kohle nach O. Brunck*).
Cobaltum oxydatum.

Co_2O_3. Molekulargewicht 165.94.

Feines, schwarzes Pulver.

Prüfung auf Schwefel.

5 g Cobaltoxyd und 2.5 g wasserfreies Natriumcarbonat werden in einer Reibschale gut gemischt

*) Z. f. angew. Ch. 1905, S. 1560.

und in einem Platintiegel geglüht*). Der Glührückstand wird mit heißem Wasser ausgelaugt, die Lösung filtriert, mit Salzsäure angesäuert und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

Collodium 4%.

Farblose oder nur schwach gelblich gefärbte, sirupdicke, neutrale Flüssigkeit, welche, in dünner Schicht verdunstet, ein farbloses, fest zusammenhängendes Häutchen hinterläßt.

1. Prüfung auf Säuren.

   Blaues Lackmuspapier darf beim Eintauchen in Collodium nicht sofort gerötet werden.

2. Bestimmung des Rückstandes.

   Man fügt zu 10 g Collodium unter beständigem Rühren tropfenweise 10 ccm Wasser und dampft die Mischung auf dem Wasserbade ein. Der Abdampfrückstand wird bei 95—100° getrocknet; das Gewicht desselben soll 0,38—0.40 g betragen.

Congorot.

$$\begin{array}{l} C_6H_4 - N = N - C_{10}H_5\overset{\alpha}{N}H_2(\overset{\alpha}{S}O_3Na) \\ | \\ C_6H_4 - N = N - C_{10}H_5\underset{\alpha}{N}H_2(\underset{\alpha}{S}O_3Na). \end{array}$$

Molekulargewicht 696.37.

Scharlachrotes, in Wasser leicht lösliches Pulver. Als Indikator verwendet man eine Lösung von 0.5 g Congorot in 90 ccm Wasser und 10 ccm Alkohol (96%).

Anmerkung. Über die Verwendung des Congorots als Indikator siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage, Band I, S. 117; Glaser, Indikatoren der Acidimetrie und Alkalimetrie 1901, S. 55; Beckurts, Maßanalyse 1913, S. 82.

---

*) Um zu verhüten, daß der alkalische Tiegelinhalt Schwefel aus den Flammengasen aufnimmt, wird der Tiegel in den kreisförmigen Ausschnitt einer Asbestplatte eingesenkt.

Devarda'sche Legierung.

Die Devarda'sche Legierung besteht aus 50 Teilen Kupfer, 45 Teilen Aluminium und 5 Teilen Zink.

Graues Pulver, in Salzsäure teilweise unter Abscheidung von Kupfer löslich.

Prüfung auf Stickstoff.

Man übergießt 10 g Devarda'sche Legierung in einem Erlenmeyerkolben von ungefähr 1 Liter Inhalt mit 100 ccm Salzsäure (1.124–1.126) und läßt die Mischung unter öfterem Umschwenken stehen, bis die Wasserstoffentwicklung aufgehört hat. Nach dem Erkalten wird die Flüssigkeit mit 100 ccm stickstoffreier Natronlauge (1.3) versetzt und destilliert, bis ungefähr 50 ccm übergegangen sind. Das Destillat wird in einer Vorlage aufgefangen, welche 2–3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Zur Neutralisation des Ammoniaks aus der Devardaschen Legierung dürfen nicht mehr als 0.2 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure erforderlich sein.

Anmerkung. Über die Verwendung der Devarda'schen Legierung zur Bestimmung des Stickstoffs siehe Chem.-Ztg. 1892, S. 1952 oder Z. f. analyt. Ch. 1894, S. 113 und 1899, S. 55.

Dicyandiamidinsulfat.
„Nickelreagenz Großmann".
Dicyandiamidin sulfuricum.

$$\left(O=C\begin{matrix}-NH_2 \\ -NH-C\begin{matrix}\diagup NH_2 \\ =NH\end{matrix}\end{matrix}\right)_2 H_2SO_4 + 2H_2O.$$

Molekulargewicht 338.28.

Weißes Pulver, löslich in ca. 20 Teilen kaltem und 3 Teilen siedendem Wasser.

Prüfung.

10 ccm einer Lösung von 2.4 g Nickelchlorid*) ($NiCl_2 + 6H_2O$) in 100 ccm Wasser werden mit 3 ccm Ammoniumchloridlösung, 10 ccm Ammoniaklösung (0.92) und 10 ccm einer Lösung von 4.5 g Dicyandiamidinsulfat in 125 ccm Wasser versetzt; sodann fügt man unter ständigem Umschütteln 6 ccm Kalilauge (1.138 – 1.140) hinzu, läßt die Mischung ungefähr 15 Stunden stehen und filtriert. Das Filtrat darf nach Zusatz von 10 ccm Dicyandiamidinsulfatlösung innerhalb 6 Stunden Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht zeigen.

Anmerkung. Über die Verwendung des Dicyandiamidinsulfats zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung des Nickels, sowie zur Trennung desselben von Kobalt und anderen Metallen siehe B. B. 1906, S. 3356; Chem.-Ztg. 1907, S. 535, 643 u. 911; Z. f. angew. Ch. 1907, S. 1642; B. B. 1908, S. 1878; Chem.-Ztg. 1909, S. 841 u. 851.

Dimethylglyoxim.
Diacetyl-Dioxim.

$CH_3.C(N.OH)—C(N.OH).CH_3$. Molekulargewicht 116.08.

Weiße, nadelförmige Kristalle, fast unlöslich in kaltem, sehr schwer löslich in siedendem Wasser. In Alkohol und Äther ist Dimethylglyoxim schwer löslich. Schmelzpunkt 241° unter Braunfärbung.

Prüfung.

10 ccm einer Lösung von 2.4 g Nickelchlorid, reinst, kobaltfrei ($NiCl_2 + 6H_2O$) in 100 ccm Wasser werden nach dem Verdünnen mit 100 ccm Wasser zum Sieden erhitzt und mit einer Lösung von 0.25 g Dimethylglyoxim in 25 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) versetzt; sodann fügt man tropfenweise Ammoniaklösung hinzu, bis die Flüssigkeit alkalisch reagiert und filtriert nach dem Erkalten. Das Filtrat

*) Reinstes Nickelchlorid (kobaltfrei).

darf nach Zusatz von alkoholischer Dimethylglyoximlösung (1:100) beim Erhitzen bis zum Sieden keine gelbe Farbe annehmen; beim Erkalten darf Abscheidung eines roten Niederschlages nicht eintreten.

Anmerkung. Über die Verwendung des Dimethylglyoxims zum Nachweis und zur quantitativen Bestimmung des Nickels siehe B. B. 1905, S. 2520; Z. f. angew. Ch. 1906, S. 1793; Z. f. angew. Ch. 1907, S. 834 u. 1844; Chem. Zentralblatt 1910, Band 1, S. 1643; Z. f. angew. Ch. 1914, S. 315, Chem.-Ztg. 1912, S. 1461; zur Trennung von Nickel und Palladium, Chem. Zentralbl. 1912, Band II, S. 550, 1751, Chem.-Ztg. 1912, Repert. S. 554; Trennung des Palladiums von den Edelmetallen, Gold, Platin, Rhodium und Iridium, Z. f. analyt. Ch. 1913, S. 660; zum Nachweis der Eisenoxydulsalze, Chem.-Ztg. 1912, S. 54.

1.1, p-Dimethylphenylendiaminhydrochlorid. p-Aminodimethylanilinhydrochlorid. Dimethylparaphenylendiamin hydrochloricum.

$C_6H_4<^{NH_2}_{N(CH_3)_2} \cdot 2HCl$. Molekulargewicht 209.05.

Weißes oder graues, hygroskopisches, kristallinisches Pulver, leicht löslich in Wasser, schwerer in Alkohol.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.
   1 g Dimethylparaphenylendiaminhydrochlorid darf nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.
2. Quantitative Bestimmung.
   Die Lösung von 0.5 g Dimethylparaphenylendiaminhydrochlorid in 50 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) wird in einer Glasstöpselflasche unter Anwendung von Poirriersblau als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.
   1 ccm Normal-Kalilauge = 0.104525 g Dimethylparaphenylendiaminhydrochlorid, log. 01 922.

Vor Luft und Feuchtigkeit geschützt aufzubewahren.

Anmerkung. Über die Verwendung des p-Dimethylphenylendiaminhydrochlorids als Reagenz siehe Merck's Reag.-Verz. IV. Auflage, 1916, S. 491.

Diphenylamin*).
Diphenylaminum albiss. cryst.

$(C_6H_5)_2NH$. Molekulargewicht 169.10.

Weiße, monokline Kristalle, unlöslich in Wasser, leicht löslich in Alkohol, Äther und Benzol.

Diphenylamin schmilzt bei 53° und siedet bei 302°.

1. Prüfung auf Salpetersäure.

   0,2 g Diphenylamin sollen sich in 20 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure und 2 ccm Wasser farblos lösen. Tritt eine Blaufärbung ein, so ist die Schwefelsäure mit Brucin auf Abwesenheit von Salpetersäure zu prüfen.

2. Prüfung auf Anilin.

   Wird 1 g gepulvertes Diphenylamin mit 20 ccm Chlorkalklösung geschüttelt, so darf die Flüssigkeit keine violette Färbung annehmen.

Eisen.
Ferrum.

Fe. Atomgewicht 55.84.

Metallisches Eisen findet im analytischen Laboratorium Verwendung in Form von dünnem, blankem Draht (Klavierdraht) oder grauem, durch Reduktion mit Wasser-

*) Die Diphenylaminlösung zum Nachweis der Salpetersäure wird bereitet durch Auflösen von 0.5 g Diphenylamin in 100 ccm reiner, konzentrierter (salpetersäurefreier) Schwefelsäure und 20 ccm Wasser. Das Reagenz wird nach Lunge (Z. f. angew. Ch. 1894, S. 345) wie folgt angewendet:

Bei der Prüfung auf Salpeter- oder salpetrige Säure bringt man etwa 5 ccm der Reagenzlösung in ein Reagenzglas und schichtet darauf die zu untersuchende Flüssigkeit. Ist letztere spezifisch schwerer als die Reagenzlösung, so schichtet man die Diphenylaminlösung über die zu untersuchende Flüssigkeit.

Über eine Steigerung der Empfindlichkeit der Salpetersäure-Reaktion mit Diphenylamin bei Wasseruntersuchungen siehe Z. f. analyt. Ch. 1899, S. 429.

stoff erhaltenem Eisenpulver (Ferrum hydrogenio reductum) und schließlich als gewöhnliches, graues, glänzendes Eisenpulver (Ferrum metallicum pulveratum).

1. Klavierdraht.
Ferrum metallicum in filis.

Eisendraht dient hauptsächlich zur Titerstellung von Kaliumpermanganatlösungen. Man glaubte früher, den Wirkungswert des Drahtes unbedenklich gleich dem von 99.6—99.8 % wirklich reinem Eisen annehmen zu dürfen. Treadwell hat jedoch nachgewiesen, daß die verschiedenen Sorten von Draht einen recht schwankenden Wirkungswert gegenüber Kaliumpermanganatlösung zeigen und daß manche einen Wirkungswert von über 100 % Eisen haben, was Lunge vollkommen bestätigt*).

Nichtsdestoweniger ist der Eisendraht eine bequeme, unveränderliche und auch vollkommen zuverlässige Ursubstanz für Kaliumpermanganatlösung, wenn man einmal den Wirkungswert desselben gegenüber einer Kaliumpermanganatlösung kennt, deren Titer man mit Hilfe einer anderen Ursubstanz genau ermittelt hat.

Die einwandfreie Titerstellung der Kaliumpermanganatlösung kann entweder jodometrisch nach Volhard**) oder unter Verwendung von Natriumoxalat nach Sörensen als Ursubstanz erfolgen. Für Eisentitrationen in salzsaurer Lösung nach Reinhardt ist stets ein in gleicher Weise, z. B. mit Eisenoxyd nach L. Brandt (siehe S. 113) als Ursubstanz, ermittelter Titer zu benutzen***).

*) Z. f. angew. Ch. 1904, S. 265.

**) J Volhard, Liebigs Annalen der Chemie Bd. 198, S. 333; 1879. Siehe auch F. Raschig, Zeitschr. für angew. Chemie 1904, S. 585, und F. Dupré, Zeitschr. für angew. Chemie 1904, S. 816. Eine abgemessene Menge (ca. 40 ccm) $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung wird in einer Glasstöpselflasche mit so viel Kaliumjodid, daß das nach dem Ansäuern freiwerdende Jod gelöst bleibt, und mit 10 ccm Normal-Schwefelsäure versetzt. Das freigewordene Jod wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert. $2\,KMnO_4 + 10\,KJ + 8\,H_2SO_4 = 6\,K_2SO_4 + 2\,MnSO_4 + 10\,J + 8\,H_2O$.

***) Chem.-Ztg. 1908, S. 812.

Wo ein Gasvolumeter zur Verfügung steht, kann die Titerstellung auch mit Wasserstoffsuperoxyd gasvolumetrisch ausgeführt werden (Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VII. Auflage, 1. Band, S. 155).

2. Eisenpulver, durch Reduktion mit Wasserstoff erhalten.

Ferrum hydrogenio reductum.

Graues, glanzloses, feines Pulver, welches in 100 Teilen mindestens 90 Teile metallisches Eisen enthält.

1. Prüfung auf in Schwefelsäure unlösliche Verunreinigungen.

   10 g reduziertes Eisen werden in einer Mischung von 20 ccm Schwefelsäure (1.84) und 200 ccm Wasser gelöst; der unlösliche Rückstand wird auf einem bei 100° getrockneten und gewogenen Filter gesammelt, das Filter mit Wasser ausgewaschen und bei 100° getrocknet. Das Gewicht des in Schwefelsäure unlöslichen Rückstandes darf nicht mehr als 0.05 g betragen.

2. Prüfung auf Sulfidschwefel.

   Man übergießt 1 g reduziertes Eisen in einem Reagenzglase mit einer Mischung von 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 10 ccm Wasser. Der entweichende Wasserstoff darf innerhalb 1 Minute feuchtes Bleiacetatpapier nicht bräunen.

   Das Präparat enthält stets Sulfidschwefel, dessen Menge jedoch höchstens 0.05 % beträgt. Die Bestimmung des Sulfidschwefelgehaltes wird nach dem Verfahren von Schulte (Lunge-Berl, Chem.-techn. Untersuchungs-Methoden VII. Aufl. Bd. II, S. 222) ausgeführt.

3. Prüfung auf Natriumcarbonat.

   Werden 50 ccm Wasser mit 5 g reduziertem Eisen geschüttelt und filtriert, so darf das Filtrat rotes

Lackmuspapier nicht blau färben und nach dem Verdampfen nicht mehr als 0.003 g Rückstand hinterlassen.

4. Prüfung auf Stickstoff.

20 g reduziertes Eisen werden in einer Mischung von 20 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) und 200 ccm Wasser unter Erwärmen gelöst. Nach dem Erkalten wird die Flüssigkeit mit 100 ccm stickstoffreier Natronlauge (1.3) versetzt und destilliert, bis ungefähr 75 ccm übergegangen sind. Das Destillat wird in einer Vorlage aufgefangen, welche 2–3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält und hierauf unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Zur Neutralisation des Ammoniaks aus dem reduzierten Eisen dürfen nicht mehr als 0.2 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure erforderlich sein.

5. Prüfung auf Arsen.

1 g reduziertes Eisen und 1 g Kaliumchlorat werden in einem geräumigen Reagenzglase mit 10 ccm Salzsäure (1.124–1.126) übergossen. Nachdem die Einwirkung beendet ist, wird die Mischung bis zur Entfernung des freien Chlors erwärmt und dann filtriert. Eine Mischung von 5 ccm des Filtrats mit 15 ccm Zinnchlorürlösung darf innerhalb einer Stunde keine dunklere Färbung annehmen.

6. Prüfung auf fremde Metalle.

Die Lösung von 1 g reduziertem Eisen in 20 ccm Salzsäure (1.124—1.126) wird nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.3) zum Sieden erhitzt, hierauf mit 25 ccm Wasser verdünnt, mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt und filtriert. Das Filtrat soll farblos sein und darf nach Zusatz von Schwefelammoniumlösung weder eine dunkle Farbe annehmen, noch darf Abscheidung eines Niederschlages erfolgen.

7. Bestimmung des Gehaltes an metallischem Eisen.

Man bringt in ein Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt 1 g reduziertes Eisen, 10 g fein gepulvertes Quecksilberchlorid und 50 ccm siedendes Wasser, erhält die Mischung unter häufigem Umschwenken bei kleiner Flamme auf dem Drahtnetze etwa 5 Minuten lang im Sieden und füllt dann das Kölbchen sofort mit kaltem, ausgekochtem Wasser bis zur Marke auf. Nach dem Erkalten auf ungefähr 15° füllt man abermals mit Wasser bis zur Marke auf, schüttelt gut um und läßt die Flüssigkeit in gut verschlossenem Kölbchen zum Absetzen stehen. Hierauf filtriert man, versetzt sofort 20 ccm des Filtrats mit 20 ccm verdünnter Schwefelsäure und 30 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung und titriert weiter bis zur schwachen Rötung. Dazu sollen mindestens 32.3 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung erforderlich sein, entsprechend einem Mindestgehalt von 90 % metallischem Eisen.

Nachdem die rote Farbe der Flüssigkeit durch Zusatz von Weinsäurelösung zum Verschwinden gebracht worden ist, gibt man 5 g Kaliumjodid hinzu, läßt die Mischung in verschlossener Flasche 1 Stunde bei Zimmertemperatur stehen und titriert sodann das freie Jod unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung oder 1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.005584 g Eisen, log. 74695.

8. Bestimmung des Gesamteisengehaltes.

1 g reduziertes Eisen wird in etwa 50 ccm verdünnter Schwefelsäure gelöst und die Lösung auf 100 ccm verdünnt. 20 ccm dieser Lösung werden mit $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung bis zur

schwachen Rötung versetzt. Nachdem die Flüssigkeit durch Zusatz von Weinsäurelösung wieder entfärbt worden ist, gibt man 5 g Kaliumjodid hinzu und läßt die Mischung 1 Stunde lang in verschlossener Flasche stehen. Zur Bindung des ausgeschiedenen Jods müssen mindestens 34.6 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung verbraucht werden, was einem Mindestgehalte von 96.6 % Eisen entspricht.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Natriumthiosulfatlösung = 0.005584 g Eisen, log. 74695.

3. Eisenpulver.

Ferrum metallicum pulveratum.

Feines, schweres, metallisch glänzendes, graues Pulver, welches mindestens 97.7 % Eisen enthält.

1. Prüfung auf in Schwefelsäure unlösliche Verunreinigungen.

   10 g Eisenpulver werden in einer Mischung von 20 ccm konzentrierter Schwefelsäure und 200 ccm Wasser gelöst; der unlösliche Rückstand wird auf einem bei 100° getrockneten und gewogenen Filter gesammelt, das Filter mit Wasser ausgewaschen und bei 100° getrocknet. Das Gewicht des in Schwefelsäure unlöslichen Rückstandes darf nicht mehr als 0.01 g betragen.

2. Prüfung auf Stickstoff und
3. Prüfung auf Arsen

   werden ausgeführt, wie für reduziertes Eisen vorgeschrieben ist.

4. Prüfung auf fremde Schwermetalle.

   Man erhitzt die Lösung von 1 g gepulvertem Eisen in 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) mit 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152), bis die Flüssigkeit eine braune Farbe angenommen hat; sodann verdünnt

man mit 35 ccm Wasser, fügt 30 ccm Ammoniaklösung (0.96) hinzu und filtriert. Das Filtrat darf nicht blau gefärbt sein und darf durch Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser kaum verändert werden.

5. Gehaltsbestimmung.

1 g gepulvertes Eisen wird in etwa 50 ccm verdünnter Schwefelsäure gelöst und die Lösung auf 100 ccm verdünnt. 20 ccm dieser Lösung werden mit $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung versetzt bis zur schwachen Rötung. Nachdem die rote Farbe der Flüssigkeit durch Zusatz von Weinsäurelösung zum Verschwinden gebracht worden ist, gibt man 5 g Kaliumjodid hinzu, läßt die Mischung in verschlossener Flasche 1 Stunde bei Zimmertemperatur stehen und titriert sodann unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung; zur Bindung des freien Jods sollen mindestens 35 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung erforderlich sein, was einem Mindestgehalt von 97.7 % Eisen entspricht.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.005584 g Eisen, log. 74695.

Eisenammoniumsulfat (Ferri).
Ferriammoniumsulfat. Eisenammoniakalaun.
Ferrum sulfuricum oxydatum ammoniatum.

$Fe_2(SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2SO_4 + 24H_2O$.

Molekulargewicht 964.42.

Blaßviolette (amethystfarbene), durchsichtige, oktaedrische Kristalle, löslich in 2 Teilen Wasser, unlöslich in Alkohol. Die wässerige Lösung reagiert sauer.

1. Prüfung auf Eisenoxydulsalz.

Versetzt man die Lösung von 1 g Ferriammoniumsulfat in 20 ccm Wasser mit 1 ccm Salzsäure (1.124

bis 1.126) und 1 Tropfen frisch bereiteter Kaliumferricyanidlösung, so darf weder Grün- noch Blaufärbung eintreten.

2. Prüfung auf Chlorid.

30 ccm der wässerigen Lösung 1:20 dürfen nach Zusatz von 3 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Salze der Alkalien.

Die Lösung von 5 g Ferriammoniumsulfat in 100 ccm Wasser wird mit 15 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und filtriert. Das Filtrat darf nach dem Eindampfen und Glühen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen.

4. Prüfung auf Kupfer und Zink.

Die Lösung von 2 g Ferriammoniumsulfat in 50 ccm Wasser wird mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und filtriert; das Filtrat soll farblos sein. Wird das Filtrat mit Essigsäure angesäuert und mit Kaliumferrocyanidlösung versetzt, so darf während zweistündigem Stehen Abscheidung eines weißen oder braunroten Niederschlages nicht erfolgen.

5. Prüfung auf Mangan.

Die Lösung von 5 g Eisenammoniumsulfat in 30 ccm Wasser wird nach Zusatz von 50 ccm Essigsäure (1.040) zum Sieden erhitzt, mit 100 ccm Ammoniumphosphatlösung (1 : 20) versetzt und filtriert. 100 ccm des Filtrates werden verdampft. Der Abdampfrückstand wird mit Ammoniumnitrat geglüht und sodann mit Phosphorsalz geschmolzen. Die Schmelze darf höchstens eine sehr schwache Violettfärbung zeigen.

6. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Ferriammoniumsulfat in 100 ccm Wasser, fügt 2 g Kaliumjodid und 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) hinzu, läßt die Mischung in verschlossener Flasche etwa 2 Stunden stehen und

titriert sodann das freie Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.048221 g Ferriammoniumsulfat, log. 68324.

Eisenammoniumsulfat (Ferro)

siehe

Eisenoxydulammoniumsulfat.

Eisenchlorid.
Ferrum sesquichloratum cryst.

$Fe_2Cl_6 + 12H_2O$. Molekulargewicht 540.63.

Gelbe, kristallinische, an feuchter Luft bald zerfließende Masse. Eisenchlorid ist leicht löslich in Wasser, Alkohol und Äther. Die Lösungen reagieren gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf basisches Salz und andere in Wasser schwer lösliche Verunreinigungen

   10 g Eisenchlorid sollen sich in 10 ccm Wasser vollständig und klar lösen.

2. Prüfung auf Salzsäure und Chlor.

   Wird der Eisenchloridlösung (1:1) ein mit Ammoniaklösung befeuchteter Glasstab genähert, so dürfen sich keine Nebel bilden und ein mit Jodzinkstärkelösung getränkter Papierstreifen darf sich bei Annäherung an die Eisenchloridlösung nicht blau färben.

3. Prüfung auf Arsen.

   Eine Mischung aus 1 ccm Eisenchloridlösung (1:1) und 3 ccm Zinnchlorürlösung darf innerhalb 1 Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

4. Prüfung auf Eisenoxydulsalz.

   Versetzt man die wässerige Lösung (1:20) mit 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und einigen Tropfen

Kaliumferricyanidlösung, so darf eine blaue Färbung nicht eintreten.

5. Prüfung auf Salze der Alkalien, Kalk, Salpetersäure, Kupfer- und Zinksalze.

 20 ccm Eisenchloridlösung (1:1) werden mit 100 ccm Wasser verdünnt, mit 30 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und filtriert; das Filtrat soll farblos sein. 50 ccm des Filtrats dürfen nach dem Verdampfen und Glühen nicht mehr als 0.001 g Rückstand hinterlassen. Werden 2 ccm des Filtrats mit 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure gemischt, und wird diese Mischung mit 1 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet, so darf an der Berührungsfläche der beiden Schichten keine braune Zone entstehen.

 Wird der Rest des Filtrates mit Essigsäure angesäuert und mit Kaliumferrocyanidlösung versetzt, so darf während zweistündigem Stehen Abscheidung eines weißen oder braunroten Niederschlages nicht erfolgen.

6. Prüfung auf Sulfat.

 10 g Eisenchlorid werden in 100 ccm Wasser gelöst. Man versetzt die Lösung mit 25 ccm Ammoniaklösung (0.96) und filtriert. Das Filtrat darf nach dem Ansäuern mit Essigsäure und Zusatz von Baryumchloridlösung nach 15stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

7. Prüfung auf Phosphat.

 Die Lösung von 2 g Eisenchlorid in 30 ccm Wasser wird mit 25 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 25 ccm einer salpetersauren Lösung von Ammoniummolybdat versetzt; nach 2stündigem Stehen bei ca. 40° darf keine gelbe Abscheidung erfolgt sein.

8. Gehaltsbestimmung.

 Man löst 1 g Eisenchlorid in 100 ccm Wasser, fügt 2 g Kaliumjodid und 5 ccm Salzsäure

(1.124—1.126) hinzu, läßt die Mischung in verschlossener Flasche etwa 2 Stunden stehen und titriert sodann das freie Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.016222 g Fe_2Cl_6 log. 21 010 oder 0.0270315 g $Fe_2Cl_6 + 12 H_2O$, log. 43187.

Eisenchlorid, in Lösung.
Liquor Ferri sesquichlorati.

Klare, gelbbraune Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.280—1.282. 100 Teile enthalten 10 Teile Eisen = 29 Teile Eisenchlorid = 48.4 Teile $Fe_2Cl_6 + 12 H_2O$.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie bei Eisenchlorid beschrieben wurde; für 1 g kristallisiertes Eisenchlorid sind 3 ccm Eisenchloridlösung zu verwenden.

Eisenchlorür.
Ferrum chloratum oxydulatum.

$Fe Cl_2 + 4 H_2 O$. Molekulargewicht 198.82.

Blaßgrünes, hygroskopisches Pulver, in 1 Teil Wasser, dem einige Tropfen Salzsäure zugesetzt wurden, löslich. Eisenchlorür löst sich auch in Alkohol.

1. Prüfung auf Oxychlorid.

Die Lösung von 1 g Eisenchlorür in 1 ccm Wasser und 2 oder 3 Tropfen Salzsäure (1.124—1.126) soll blaßgrün oder grün sein und darf keine gelbgrüne Farbe zeigen; nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser darf nur ganz geringe Trübung infolge Ausscheidung von Schwefel eintreten*).

---

*) Eisenchlorür enthält stets geringe Mengen von Eisenoxychlorid.

2. Prüfung auf Salze der Alkalien, Sulfat, Kupfer und Zink.

Die Lösung von 5 g Eisenchlorür in 10 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure (1.3) wird erhitzt, bis die Flüssigkeit eine braune Farbe angenommen hat, sodann mit 120 ccm Wasser verdünnt, mit 30 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und filtriert; das Filtrat soll farblos sein. 60 ccm des Filtrats dürfen nach dem Verdampfen und Glühen nicht mehr als 0.001 g Rückstand hinterlassen. Versetzt man 20 ccm des Filtrats nach dem Ansäuern mit Essigsäure mit Baryumchloridlösung, so darf innerhalb 5 Minuten keine Trübung eintreten.

Wird der Rest des Filtrats mit Essigsäure angesäuert, und mit Kaliumferrocyanidlösung versetzt, so darf während zweistündigem Stehen Abscheidung eines weißen oder braunroten Niederschlages nicht erfolgen.

3. Prüfung auf Arsen.

Die Lösung von 1 g Eisenchlorür in 1 ccm Wasser und einigen Tropfen Salzsäure darf, mit 3 ccm Zinnchlorürlösung versetzt, innerhalb 1 Stunde keine dunklere Färbung annehmen.

Eisenoxyd, nach L. Brandt*).
Ferrum oxydatum.

Urtitersubstanz für die Eisenbestimmung mit Kaliumpermanganat in salzsaurer Lösung.

Fe_2O_3. Molekulargewicht 159.68.

Rotbraunes Pulver, löslich in konzentrierter Salzsäure.

Das Präparat ist vor dem Gebrauch bei 120° zu trocknen**).

*) Chem.-Ztg. 1908, S. 812, 830, 840 u. 851.

**) Das bei 120° getrocknete Eisenoxyd ist hygroskopisch. Es ist deshalb ratsam, das ungetrocknete Eisenoxyd für die Titer-

1. Prüfung auf Wasser und flüchtige Verunreinigungen.

   3 g des bei 120° getrockneten und mit Ammoniumnitrat gemischten Eisenoxyds dürfen beim Glühen*) nicht mehr als 0.003 g an Gewicht verlieren.

2. Prüfung auf in Wasser lösliche Verunreinigungen.

   100 ccm Wasser werden mit 5 g Eisenoxyd zum Sieden erhitzt und filtriert; 50 ccm des vollkommen klaren Filtrates dürfen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

3. Prüfung auf Chlorid.

   Ein Gemisch von 1 g Eisenoxyd und 3 g wasserfreiem Natriumcarbonat wird in einem Platintiegel geschmolzen. Nach dem Erkalten wird die Schmelze mit 50 ccm heißem Wasser ausgelaugt und die Lösung filtriert; wird das Filtrat mit 20 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens Opaleszenz eintreten.

4. Prüfung auf Nitrat.

   Eine Mischung von 5 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042) und 10 ccm Wasser wird mit 1 g Eisenoxyd zum Sieden erhitzt und filtriert; wird das Filtrat mit einem Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt, so darf die blaue Farbe der Flüssigkeit beim Umschütteln nicht verschwinden.

5. Prüfung auf Sulfat.

   Eine Lösung von 4 g kristallisiertem Natriumcarbonat in 20 ccm Wasser wird mit 1 g Eisenoxyd unter öfterem Umschütteln eine Stunde lang

---

stellung einzuwägen und den Wassergehalt durch vorsichtiges Glühen einer Probe separat zu ermitteln.

*) Der Platintiegel darf nicht in den reduzierenden Teil der Flamme eintauchen.

im siedenden Wasserbade erwärmt und sodann filtriert. Das Filtrat wird nach Zusatz von 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) zum Sieden erhitzt und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 2stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

6. Prüfung auf Silikat.

Ein Gemisch von 3 g Eisenoxyd und 15 g wasserfreiem Natriumcarbonat wird in einem Platintiegel geschmolzen, die Schmelze nach dem Erkalten mit heißem Wasser ausgelaugt und die Lösung filtriert. Das Filtrat wird mit Salzsäure angesäuert, in einer Platinschale eingedampft, der Abdampfrückstand eine halbe Stunde bei ca. 120° getrocknet und sodann in 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 50 ccm Wasser gelöst. Die Lösung wird filtriert, das Filter mit Wasser ausgewaschen und eingeäschert. Das Gewicht der Asche darf nicht mehr als 0.001 g betragen.

7. Prüfung auf Eisenoxydul.

1 g Eisenoxyd wird in 10 ccm konzentrierter Salzsäure (1.19) unter Erwärmen auf dem Wasserbade gelöst und die Lösung mit 40 ccm Wasser verdünnt; wird diese Lösung mit einigen Tropfen Ferricyankaliumlösung versetzt, so darf weder Grün- noch Blaufärbung eintreten.

8. Prüfung auf in Salzsäure unlösliche Verunreinigungen, fremde Schwermetalle, Kalk und Magnesia.

10 g Eisenoxyd werden in 70 ccm konzentrierter Salzsäure (1.19) unter Erwärmen auf dem Wasserbade gelöst. Die mit 200 ccm Wasser verdünnte Lösung soll vollkommen klar sein und darf keinen oder doch nur äußerst geringen unlöslichen Rückstand zeigen. Im letzteren Falle wird filtriert, der Rückstand zunächst mit verdünnter Salzsäure und

dann mit Wasser ausgewaschen, geglüht und gewogen. Das Gewicht des in Salzsäure unlöslichen Rückstandes darf nicht mehr als 0.001 g betragen.

In das Filtrat wird bis zur vollständigen Reduktion des Eisenchlorids Schwefelwasserstoff eingeleitet; der sich abscheidende Schwefel darf nicht dunkel gefärbt sein. Die Flüssigkeit wird filtriert. Der Schwefel wird in einer Porzellanschale mit konzentrierter Salzsäure (1.19) auf dem Wasserbade erwärmt und die Lösung nach dem Verdünnen mit Wasser filtriert. Der Rückstand wird samt dem Filter in der Porzellanschale verbrannt, die Asche in Salzsäure gelöst und die Lösung mit dem salzsauren Auszug vereinigt. Wird in diese Lösung Schwefelwasserstoff eingeleitet, so darf weder eine Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

Das nach dem Fällen mit Schwefelwasserstoff erhaltene Filtrat wird gekocht, bis der Schwefelwasserstoff entfernt ist, sodann mit Salpetersäure oxydiert und mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt*). Die Lösung wird nun erwärmt, bis der Geruch nach Ammoniak fast verschwunden ist, filtriert und der Niederschlag mit heißem Wasser ausgewaschen. Ein Teil des Niederschlages von Eisenhydroxyd, etwa die Hälfte, wird in Salzsäure gelöst, und die Lösung nach dem Verdünnen mit Wasser in einer Platinschale mit Natronlauge**) heiß gefällt und filtriert. Wird das Filtrat mit Salzsäure angesäuert und sodann mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion versetzt und erwärmt, bis der Geruch nach Ammoniak verschwunden ist, so darf keine oder doch nur äußerst geringe flockige Ab-

---

*) Bequemer kann die Lösung von der Hauptmenge des Eisens durch Schütteln mit Äther nach dem Rothe-Verfahren befreit werden (siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 7. Auflage 1921, Band II S. 136).

**) 30 g Natriumhydroxyd aus Natrium in 70 ccm Wasser.

scheidung wahrnehmbar sein. Im letzteren Falle wird der Niederschlag abfiltriert und ausgewaschen; das Gewicht desselben darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.001 g betragen.

Ein kleiner Teil des Niederschlages von Eisenhydroxyd wird mit wasserfreiem Natriumcarbonat an der Luft (auf dem Deckel eines Platintiegels) geschmolzen; die Schmelze darf keine grüne Farbe zeigen.

Das nach dem Ausfällen des Eisens erhaltene Filtrat wird mit wenig Schwefelammoniumlösung versetzt; es darf weder eine dunkle Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten. Nach Zusatz von Salzsäure bis zur sauren Reaktion wird die Flüssigkeit konzentriert, dann filtriert, vollständig eingedampft und der Abdampfrückstand schwach geglüht. Der nach vollständiger Verflüchtigung der Ammoniumsalze verbleibende Rückstand wird in Salzsäure gelöst, die Lösung filtriert, mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion und Ammoniumoxalatlösung versetzt. Nach 15stündigem Stehen darf keine oder doch nur äußerst geringe Abscheidung von Calciumoxalat erfolgt sein. Im letzteren Falle wird der Niederschlag abfiltriert, ausgewaschen und geglüht; das Gewicht des Calciumoxyds darf nicht mehr als 0.001 g betragen.

Die mit Ammoniumoxalatlösung geprüfte Flüssigkeit darf nach Zusatz von Ammoniumphosphatlösung innerhalb 15 Stunden keine Ausscheidung zeigen.

9. Gehaltsbestimmung.

Von einer Gehaltsbestimmung wird man zweckmäßig absehen, weil die Fehler, welche selbst bei sehr genauem Arbeiten nicht zu vermeiden sind, weitaus größer sind, als die Menge der vorhandenen Verunreinigungen. Es ist deshalb richtiger, die Mengen der Verunreinigungen zu bestimmen.

Eisenoxydulammoniumsulfat.
Mohr'sches Salz.
Ferro-Ammonium sulfuricum cryst.

$FeSO_4 + (NH_4)_2SO_4 + 6H_2O$. Molekulargewicht 392.16.

Schwach bläulichgrün gefärbte Kristalle oder hellbläulichgrünes, kristallinisches Pulver, löslich in 6 Teilen Wasser.

Der Wirkungswert des Mohr'schen Salzes gegen Kaliumpermanganatlösung ist 14.24 % von dem des Eisens, also fast genau ein Siebentel.

1. Prüfung auf Eisenoxydsalz.

   Die Lösung von 1 g gepulvertem Eisenoxydulammoniumsulfat in 20 ccm ausgekochtem Wasser darf sich nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124 bis 1.126) und einigen Tropfen Kaliumrhodanidlösung nicht sofort rot färben.

2. Prüfung auf Salze der Alkalien, Kupfer und Zink.

   Die Lösung von 5 g Eisenoxydulammoniumsulfat in 50 ccm Wasser wird mit 5 ccm Salpetersäure (1.3) versetzt, einige Minuten lang gekocht und nach Zusatz von 15 ccm Ammoniaklösung (0.96) filtriert; das Filtrat soll farblos sein. 30 ccm des Filtrats dürfen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen. Wird der Rest des Filtrates mit Essigsäure angesäuert und mit Kaliumferrocyanidlösung versetzt, so darf während zweistündigem Stehen Abscheidung eines weißen oder braunroten Niederschlages nicht erfolgen.

3. Quantitative Bestimmung.

   Die Lösung von 1 g Eisenoxydulammoniumsulfat in 50 ccm ausgekochtem Wasser wird nach Zusatz von 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

   1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Kaliumpermanganatlösung = 0.039216 g Eisenoxydulammoniumsulfat, log. 59347.

Eisensulfat (Ferro). Ferrosulfat, Ferrum sulfuricum oxydulatum cryst.

$Fe\,SO_4 + 7\,H_2O$. Molekulargewicht 278.02.

Blaßgrünlichblaue, monokline Kristalle, löslich in 1.8 Teilen kaltem Wasser und in 0.5 Teilen siedendem Wasser; in Alkohol und Äther ist Ferrosulfat unlöslich.

1. Prüfung auf in Wasser unlösliche Verunreinigungen (basisches Ferrisulfat).

   Die mit ausgekochtem und wieder abgekühltem Wasser frisch bereitete Lösung (1:20) sei klar und von grünlichblauer Farbe.

2. Prüfung auf Salze der Alkalien, Kupfer und Zink.

   Die Lösung von 5 g Ferrosulfat in 100 ccm Wasser wird mit 10 ccm Salpetersäure (1.3) versetzt, einige Minuten lang gekocht, nach Zusatz von 25 ccm Ammoniaklösung (0.96) filtriert und mit Wasser auf 100 ccm verdünnt; das Filtrat soll farblos sein. 60 ccm des Filtrats dürfen nach dem Eindampfen und Glühen nicht mehr als 0.001 g Rückstand hinterlassen. Werden 40 ccm des Filtrates mit Essigsäure angesäuert und mit Kaliumferrocyanidlösung versetzt, so darf während zweistündigem Stehen Abscheidung eines weißen oder braunroten Niederschlages nicht erfolgen.

3. Gehaltsbestimmung.

   Die Lösung von 1 g Ferrosulfat in 50 ccm ausgekochtem Wasser wird mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure versetzt und mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

   1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.027802 g Ferrosulfat, log. 44407.

Eisensulfür. Schwefeleisen.
Ferrum sulfuratum.

FeS. Molekulargewicht 87.91.

Dunkelgraue oder grauschwarze, harte Stücke oder Stäbchen, welche sich in verdünnter Salz- oder Schwefelsäure unter lebhafter Entwicklung von Schwefelwasserstoff lösen.

Quantitative Bestimmung.

0.5 g fein gepulvertes Schwefeleisen werden in eine Retorte gebracht, deren Tubus mit einer Trichterröhre mit Glashahn versehen ist. Nachdem man die Retorte mit einer Vorlage, welche $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung (50—100 ccm) enthält, verbunden hat, läßt man durch das Trichterrohr ein Gemisch von 20 ccm Wasser und 20 ccm verdünnter Schwefelsäure zufließen, schließt den Glashahn und erhitzt zum Sieden. Nachdem die Zersetzung des Schwefeleisens beendet und der Schwefelwasserstoff vollständig übergegangen ist (die Jodlösung darf nicht völlig entfärbt werden), bestimmt man den Überschuß an Jodlösung mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0043955 g Schwefeleisen, log. 64301.

Eschka-Mischung*).

Eschka-Mischung ist ein Gemisch von 10 g schwefelsäurefreiem Magnesiumoxyd und 5 g wasserfreiem Natriumcarbonat. Die Mischung muß bezüglich der Reinheit den bei Magnesiumoxyd, schwefelsäurefrei und Natriumcarbonat, wasserfrei gestellten Anforderungen entsprechen.

---

*) Über die Verwendung der Eschka-Mischung zur Bestimmung des Schwefels in Mineralkohlen und Koks siehe Z. f. analyt. Ch. 1874, Band 13, S. 344; Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden VII. Auflage Bd. I, S. 427.

Essigsäure.
Acidum aceticum.

$CH_3 . COOH$. Molekulargewicht 60.02.

1. Eisessig.
Acidum aceticum glaciale.

a) 99—100%ig, indifferent gegen Chromsäure.

Zur Bestimmung der Jodzahl nach Wijs.

Klare, farblose, stechend riechende Flüssigkeit, welche zwischen + 15 und 16° erstarrt. Spez. Gew. 1.055—1.058. Siedepunkt 115—118°. 100 Teile enthalten mindestens 99 Teile Essigsäure.

Prüfung auf Beständigkeit gegen Chromsäure.

10 ccm Eisessig werden mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) gemischt und mit 1 Tropfen = 0.05 ccm Kaliumbichromatlösung (1 : 20) versetzt. Innerhalb 30 Minuten darf die Farbe der Mischung nicht in Grün übergehen.

Die übrigen Prüfungen und die Gehaltsbestimmung werden ausgeführt, wie bei Eisessig (96%ig) beschrieben wird.

b) 96%ig.

Klare, farblose, stechend riechende Flüssigkeit, welche bei ca. + 10° erstarrt. Spez. Gew. 1.055—1.064. Siedepunkt 110—118°. 100 Teile enthalten mindestens 96 Teile Essigsäure.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

20 ccm Essigsäure dürfen nach dem Verdampfen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid.

Werden 5 ccm Essigsäure mit 50 ccm Wasser verdünnt und nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) mit Silbernitratlösung versetzt, so darf keine Veränderung eintreten.

3. Prüfung auf Schwefelsäure.

20 ccm Essigsäure werden nach Zusatz von 1 ccm Normal-Kalilauge verdampft. Der Rückstand wird in 20 ccm Wasser gelöst und nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) mit Baryumchloridlösung versetzt. Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

4 Prüfung auf Kaliumpermanganat reduzierende Verunreinigungen. (Empyreuma und schweflige Säure.)

Eine Mischung von 5 ccm Essigsäure, 10 ccm Wasser und 0.3 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung darf die rote Farbe innerhalb 15 Minuten nicht verlieren.

5. Prüfung auf Ameisensäure und Acetaldehyd.

Eine Mischung von 1 ccm Essigsäure, 10 ccm Wasser, 1 g Natriumacetat und 5 ccm Quecksilberchloridlösung (1:20) wird eine halbe Stunde lang im siedenden Wasserbade erhitzt; es darf weder Trübung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

6. Prüfung auf Acetaldehyd.

50 ccm Essigsäure werden mit Natronlauge neutralisiert. Von dieser Lösung werden unter Verwendung eines Kühlers 10 ccm abdestilliert und 2 ccm des Destillates mit 1 ccm fuchsinschwefliger Säure*) versetzt. Innerhalb 3 Minuten darf Violettfärbung nicht eintreten. Bei Gegenwart von Acetaldehyd wird auf Ameisensäure in dem vom Acet-

---

*) 1 g salzsaures Rosanilin wird in 800 ccm Wasser unter Erwärmen gelöst. Man leitet in die erkaltete Lösung schweflige Säure ein, bis die Flüssigkeit farblos oder hellgelb geworden ist. Überschuß an schwefliger Säure ist zu vermeiden. Man bringt die entfärbte Lösung mit Wasser auf 1 Liter.

aldehyd befreiten Destillationsrückstande in der unter 5. angegebenen Weise geprüft.

7. Prüfung auf Äthylalkohol, Aceton und Acetaldehyd.

5 ccm Essigsäure werden mit 5 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und soviel Natronlauge versetzt, bis die Lösung eine hellgelbe Färbung angenommen hat. Hierbei darf weder eine Trübung, noch Geruch nach Jodoform auftreten.

8. Bestimmung etwa vorhandener Ameisensäure*).

Die Lösung von 10 ccm Essigsäure in 100 ccm Wasser wird mit Natriumcarbonat bis zur alkalischen Reaktion versetzt. Von dieser Lösung werden, falls die Anwesenheit von Acetaldehyd festgestellt worden ist, 50 ccm abdestilliert. Ist die Essigsäure frei von Acetaldehyd, so entfällt die Destillation. Der Destillationsrückstand wird mit 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung versetzt und 15 Minuten lang im siedenden Wasserbade erwärmt. Nach dem Erkalten fügt man 2 g Kaliumjodid und verdünnte Schwefelsäure bis zur sauren Reaktion hinzu und titriert das ausgeschiedene Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung. Die Anzahl der verbrauchten ccm von 50 in Abzug gebracht, ergeben die Anzahl ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung, welche zur Oxydation der in 10 ccm Essigsäure vorhandenen Ameisensäure erforderlich waren.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.002301 g Ameisensäure, log. 36192.

---

*) Andere Methoden zur Bestimmung der Ameisensäure in Essigsäure siehe: H. Ost und F. Klein, Chem.-Ztg. 1908, 32. Jahrg., S. 815; M. Wegener, Z. f. analyt. Ch. 1903, 42. Jahrg., S. 427; H. Fincke, Apoth.-Ztg. 1910, 25. Jahrg., S. 727; D. S. Macnair, Z. f. analyt. Ch. 1888, 27. Jahrg., S. 398.

9. Prüfung auf Schwermetalle und Erden.

a) Eine Mischung von 20 ccm Essigsäure und 100 ccm Wasser darf durch Einleiten von Schwefelwasserstoff nicht verändert werden.

b) Werden 10 ccm Essigsäure mit 100 ccm Wasser verdünnt und mit Ammoniaklösung (0.96) übersättigt, so darf weder durch Schwefelammoniumlösung eine grüne Färbung oder Fällung, noch nach Zusatz von Ammoniumoxalatlösung Trübung oder Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

10. Gehaltsbestimmung.

5 g Essigsäure werden mit Wasser auf 50 ccm verdünnt. 10 ccm dieser Mischung werden unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen mindestens 16 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden. 1 ccm Normal-Kalilauge = 0.06002 g Essigsäure, log. 77830. Der Gehalt läßt sich auch mit Hilfe des spez. Gewichtes feststellen, es ist jedoch zu berücksichtigen, daß den spezifischen Gewichten von 1.0553 – 1.0748 zwei verschiedene Konzentrationen entsprechen*).

2. Essigsäure, 90 % ig.

Acidum aceticum, 90 % ig.

Farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.071.

100 Teile enthalten wenigstens 90 Teile Essigsäure. Die Prüfungen und die Gehaltsbestimmung werden ausgeführt, wie bei Eisessig, 96 % ig, beschrieben wurde.

---

*) Siehe Tabelle der Volumgewichte von Essigsäure bei 15° in Lunge-Berl, Chemisch-techn. Untersuchungsmethoden, VII. Auflage, III. Band, S. 1106.

3. Verdünnte Essigsäure.
Acidum aceticum dilutum.

Farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.040 – 1.042.

100 Teile enthalten ungefähr 30 Teile Essigsäure. Die Prüfungen und die Gehaltsbestimmung werden ausgeführt, wie bei Eisessig, 96 %ig, beschrieben wurde, jedoch sind für 10 ccm des letzteren 30 ccm verdünnte Essigsäure zu verwenden.

Essigsäure-Anhydrid.
Acidum aceticum anhydricum.

$(CH_3\,CO)_2\,O$. Molekulargewicht 102.07.

Farblose, stechend riechende Flüssigkeit, welche bei 137° siedet. Spezifisches Gewicht 1.085.

Bringt man Essigsäure-Anhydrid in Wasser, so mischt es sich zunächst nicht damit, sondern sinkt darin unter, allmählich jedoch löst es sich zu Essigsäure.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm Essigsäure-Anhydrid dürfen nach dem Verdampfen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Salzsäure und organische Chlorverbindungen.

   Die Lösung von 1 ccm Essigsäure-Anhydrid in 25 ccm Normal-Kalilauge wird eingedampft und der Abdampfrückstand schwach geglüht. Wird der Glührückstand in 20 ccm Wasser gelöst und nach Zusatz von 10 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) mit Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens schwache Opaleszenz eintreten.

3. Prüfung auf schweflige Säure.

Wird die Lösung von 10 ccm Essigsäure-Anhydrid in 200 ccm Wasser nach Zusatz von Stärkelösung mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung titriert, so dürfen bis zum Eintritt der Violettfärbung höchstens 0.3 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung verbraucht werden.

4. Prüfung auf Schwefelsäure.

Die Lösung von 10 ccm Essigsäure-Anhydrid in 50 ccm Wasser darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

5. Gehaltsbestimmung.

In ein Kölbchen, welches ca. 50 ccm Wasser enthält, werden ungefähr 2 g Essigsäure-Anhydrid (genau gewogen) eingewogen. (Einwage = a.) Nach Zusatz von weiteren 50 ccm Wasser läßt man unter öfterem Umschwenken 2—3 Stunden stehen und titriert sodann unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge (Anzahl ccm = α).

Man wägt ein Kölbchen, welches ca. 20 ccm frisch destilliertes Anilin enthält, läßt sodann ungefähr 2 ccm Essigsäure-Anhydrid (unter Kühlen mit Eis) zufließen und ermittelt nach dem Abkühlen das Gewicht der hinzugefügten Menge Essigsäure-Anhydrid (= b). Nach zweistündigem Stehen setzt man 90 ccm Wasser hinzu und titriert unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge (Anzahl ccm = β).

Berechnung: $\frac{\alpha}{a} - \frac{\beta}{b} \cdot 10.207 = \%$ Essigsäure-Anhydrid. Der Gehalt an Essigsäure-Anhydrid soll mindestens 99% betragen.

Flußsäure.
Fluorwasserstoffsäure.
Acidum hydrofluoricum fumans.

HF. Molekulargewicht 20.01.

Farblose oder fast farblose Flüssigkeit, welche 38—40% Fluorwasserstoff enthält.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen*).

Werden 20 g Flußsäure in einer Platinschale verdampft und wird der Abdampfrückstand schwach geglüht, so darf nicht mehr als 0.001 g Rückstand hinterbleiben.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

2 g Flußsäure werden im Wasserbade verdampft, der Rückstand wird mit 10 ccm Wasser aufgenommen, mit einigen Tropfen Salpetersäure und Baryumnitratlösung versetzt. Es darf nicht sofort Trübung und auch nach einiger Zeit höchstens schwache Opaleszenz eintreten.

3. Prüfung auf Kalk.

5 g Flußsäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt, mit Ammoniaklösung übersättigt und mit Ammoniumoxalatlösung versetzt. Es darf nicht sofort eine Trübung eintreten.

4. Prüfung auf Magnesia.

5 g Flußsäure, mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion versetzt, sollen nach Zusatz von Ammoniumphosphatlösung innerhalb 3 Stunden keine Abscheidung zeigen.

---

*) Flußsäure nimmt beim längeren Aufbewahren in Guttaperchaflaschen etwas auf und entspricht dann nicht mehr vollkommen der Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen. Für die Aufbewahrung von Flußsäure sind Ceresinflaschen sehr geeignet.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

a) Man verdünnt 10 g Flußsäure mit 40 ccm Wasser, erwärmt die Flüssigkeit auf ca. 70° und leitet Schwefelwasserstoff ein; es darf dabei weder ein gelber, noch ein dunkelgefärbter Niederschlag entstehen.

b) Man verdünnt 5 g Flußsäure mit 50 ccm Wasser, macht die Lösung mit Ammoniaklösung alkalisch und versetzt mit Schwefelammoniumlösung; es darf weder eine grüne Färbung eintreten, noch eine Fällung erfolgen.

6. Prüfung auf Salzsäure.

Werden 2 g Flußsäure mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit einigen Tropfen Salpetersäure und Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens schwache Opaleszenz eintreten.

7. Prüfung auf Kieselfluorwasserstoffsäure.

Werden 5 g Flußsäure mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit 2 ccm einer kalt gesättigten Kaliumchloridlösung versetzt, so darf nach dem Zufügen von 40 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) keine Trübung oder Fällung entstehen.

8. Prüfung auf schweflige Säure.

Eine Mischung von 10 g Flußsäure und 40 ccm Wasser soll nach Zusatz von 1 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und Stärkelösung eine blaue Farbe annehmen.

9. Prüfung auf Beständigkeit gegen Kaliumpermanganat.

Die Mischung von 10 g Flußsäure und 50 ccm Wasser soll auf Zusatz von 1 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung rot gefärbt werden; die rote Farbe darf innerhalb 10 Minuten nicht vollständig verschwinden.

10. Gehaltsbestimmung.

2 g Flußsäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.02001 g Fluorwasserstoff, log. 30 125.

Anmerkung. Über die Titration der Flußsäure bei Gegenwart von Kieselfluorwasserstoffsäure siehe Katz, Chem.-Ztg. 1904, S. 356 u. 387.

Furfurol.

$C_5H_4O_2$. Molekulargewicht 96.03.

Frisch destilliert eine klare, farblose Flüssigkeit, welche sich unter dem Einfluß von Licht und Luft rasch gelb färbt. Furfurol hat das spezifische Gewicht 1.165—1.166, siedet bei 158—160° und löst sich in ca. 15 Teilen kaltem Wasser. In Alkohol und Äther ist es sehr leicht löslich.

Anmerkung. Über die quantitative Bestimmung des Furfurols siehe Günther, de Chalmot und Tollens. B. B. 1891, S. 3580 oder Zeitschr. f. analyt. Ch. 1901, S. 550. Siehe auch Pringsheim und Kuhn, Zeitschr. für angew. Ch. 1919, S. 287.

Weitere Methoden zur Bestimmung des Furfurols siehe W. Cormack, Zeitschr. f. analyt. Ch. 1904, S. 256, ferner A. Jolles, Zeitschr. f. analyt. Ch. 1906, S. 198.

Über die Verwendung des Furfurols als Reagenz siehe Merck's Reag.-Verz. IV. Auflage, 1916, S. 494.

Galleïn.

Braunes Pulver, löslich in Alkohol.

Als Indikator verwendet man eine Lösung von 0.5 g Galleïn in 50 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) und 50 ccm Wasser.

Anmerkung. Über die Verwendung des Galleïns als Indikator siehe Chem.-Ztg. 1885, S. 715 oder Böckmann, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 3. Auflage, Band I, S. 142.

Gallussäure.
Acidum gallicum albiss. cryst.

$C_6H_2(\overset{I}{COOH})(\overset{III\,IV\,V}{OH})_3 + H_2O$. Molekulargewicht 188.06.

Farblose oder schwach gelblich gefärbte Nadeln oder Prismen, die bei 220° unter langsamer Zersetzung schmelzen. Gallussäure löst sich in 85 Teilen kaltem Wasser, in 3 Teilen siedendem Wasser und in 6 Teilen Alkohol; in Äther*) (0.72) ist sie schwer löslich.

1. Prüfung auf Löslichkeit in Wasser.

   1 g Gallussäure soll sich in 20 ccm Wasser beim Erwärmen vollständig lösen; die Lösung sei farblos oder nur sehr schwach gelb gefärbt.

2. Bestimmung des Wassergehaltes.

   Trocknet man 1 g Gallussäure bei 100° bis zur Gewichtskonstanz, so darf der Gewichtsverlust nicht mehr als 0.10 g betragen.

3. Prüfung auf Schwefelsäure.

   Die heiß bereitete wässerige Lösung (1:50) darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure und Baryumchloridlösung und nach einstündigem Stehen bei ca. 50° keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

   1 g Gallussäure darf nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

Gerbsäure. Tannin.
Acidum tannicum.

$C_{14}H_{10}O_9 + 2H_2O$. Molekulargewicht 358.11.

Gelbliches Pulver oder kristallähnliche glänzende Schüppchen. Gerbsäure löst sich in 1 Teil Wasser,

*) Die Löslichkeit der Gallussäure in Äther ist sehr abhängig vom Alkoholgehalt des Äthers.

sowie in 2 Teilen Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) zu einer klaren Flüssigkeit, welche gegen Lackmuspapier sauer reagiert. Ferner ist Tannin löslich in etwa 8 Teilen Glycerin und schwer löslich in Äther*) (0.720). Die Lösungen der Gerbsäure drehen die Ebene des polarisierten Lichtes nach rechts**).

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen (Zn).

   4 g Tannin sollen nach dem Verbrennen nicht mehr als 0.005 g Rückstand hinterlassen; wird der Glührückstand in 2 ccm Essigsäure gelöst, die Lösung mit 8 ccm Wasser verdünnt und filtriert, so darf das Filtrat durch Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser nicht mehr als schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Zucker, Dextrin.

   Mischt man 10 ccm einer wässerigen Tanninlösung (1:5) mit 10 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.), so muß dieselbe innerhalb einer Stunde klar bleiben; nach weiterem Zusatz von 5 ccm Äther darf keine Trübung eintreten.

3. Bestimmung des Wassergehaltes.

   100 Teile Tannin sollen beim Trocknen bei 100° nicht mehr als 12 Teile an Gewicht verlieren.

4. Gehaltsbestimmung.

   Die quantitative Bestimmung des Tannins wird in der Regel nach dem Verfahren von Löwenthal, verbessert durch v. Schroeder, ausgeführt, welches in Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 6. Auflage, Band IV, S. 317 ausführlich beschrieben ist.

---

*) Die Löslichkeit des Tannins in Äther ist sehr abhängig vom Alkoholgehalt des Äthers.

**) Siehe E. Fischer und Freudenberg, B. B. 47. S. 2494; 1914 und Feist und Haun, Archiv der Pharm. 251. S. 524; 1913.

Glaswolle.

Feine Fäden aus Glas.

1. Prüfung auf in Salzsäure lösliche Bestandteile.

Eine Mischung von 100 ccm Salzsäure (1.124–1.126) und 100 ccm Wasser wird mit 5 g Glaswolle einige Minuten lang gekocht und filtriert; 100 ccm des Filtrats dürfen nach dem Verdampfen nicht mehr als 0.02 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Blei.

Eine Mischung von 10 ccm Salpetersäure (1.150 bis 1.152) und 40 ccm Wasser wird mit 1 g Glaswolle einige Minuten lang gekocht und filtriert. Das Filtrat wird auf dem Wasserbade eingedampft und der Rückstand in 10 ccm Wasser gelöst; die filtrierte Lösung darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

Glycerin.
Glycerinum bidestillatum.

$C_3 H_8 O_3$. Molekulargewicht 92.06.

Klare, farb- und fast geruchlose, neutral reagierende Flüssigkeit, welche in jedem Verhältnis in Wasser und Alkohol, nicht aber in Äther oder Chloroform löslich ist. Spezifisches Gewicht 1.225—1.235.

1. Prüfung auf neutrale Reaktion.

Eine Mischung von 2 ccm Glycerin und 10 ccm Wasser darf weder rotes noch blaues Lackmuspapier verändern.

2. Prüfung auf Salzsäure.

5 ccm Glycerin, mit 25 ccm Wasser verdünnt, dürfen durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Schwefelsäure und Oxalsäure.

Die Lösung von 5 ccm Glycerin in 25 ccm Wasser darf weder durch Baryumchloridlösung noch durch Calciumchloridlösung verändert werden.

4. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

5 ccm Glycerin sollen, in offener Schale bis zum Sieden erhitzt und angezündet, bis auf einen dunklen Anflug verbrennen; bei weiterem Erhitzen darf höchstens ein unwägbarer Rückstand hinterbleiben.

5. Prüfung auf Arsen.

Eine Mischung von 1 ccm Glycerin und 3 ccm Zinnchlorürlösung darf im Laufe einer Stunde keine dunklere Färbung annehmen.

6. Prüfung auf Schwermetalle.

Werden 5 ccm Glycerin mit 25 ccm Wasser verdünnt und mit Schwefelwasserstoffwasser versetzt, so darf keine Veränderung eintreten.

7. Prüfung auf Verunreinigungen, welche ammoniakalische Silberlösung reduzieren.

Wird eine Mischung von 1 ccm Glycerin und 1 ccm Ammoniaklösung (0.96) im Wasserbade auf 60° erwärmt und dann sofort mit 3 Tropfen Silbernitratlösung versetzt, so soll innerhalb 5 Minuten weder eine Färbung, noch eine braunschwarze Ausscheidung eintreten.

8. Prüfung auf Traubenzucker, Ammoniumverbindungen und organische Verunreinigungen, wie sie im ungereinigten Glycerin vorkommen.

Eine Mischung von 1 ccm Glycerin und 1 ccm Natronlauge darf beim Erwärmen auf 40° sich innerhalb 5 Minuten weder färben, noch Ammoniak oder den Geruch leimartiger Stoffe entwickeln.

9. Prüfung auf Rohrzucker.

Wird eine Mischung von 5 ccm Glycerin, 5 ccm Wasser und 5 Tropfen verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) im siedenden Wasserbade 5 Minuten erwärmt und sodann mit 3 Tropfen Kupfersulfatlösung und 1 ccm Natronlauge versetzt, so darf nach weiterem Erwärmen im Wasserbade innerhalb 5 Minuten keine Abscheidung von Kupferoxydul entstehen.

10. Prüfung auf Fettsäureester.

Wird eine Mischung von 50 ccm Glycerin, 50 ccm Wasser und 10 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge 15 Minuten lang im siedenden Wasserbade erwärmt, so sollen zum Neutralisieren der abgekühlten Flüssigkeit mindestens 4 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure erforderlich sein (Phenolphthaleïn als Indikator).

11. Prüfung auf Schönungsmittel und empyreumatische Verunreinigungen.

5 ccm Glycerin dürfen sich beim Kochen mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) nicht gelb färben.

Guajacin nach Schmitt*).

Bräunliches, amorphes, in Alkohol lösliches Pulver. Das Guajacin ist ein nach einem besonderen Verfahren aus Guajakholz dargestellter Körper, welcher durch oxydierende Substanzen blau gefärbt wird. Das Guajacin ist bedeutend empfindlicher als das Guajakharz und gilt als ein gutes Reagenz auf Oxydasen.

Man verwendet das Guajacin in 5%iger, alkoholischer Lösung, welche sich in schwarzen, vollständig gefüllten, gut verschlossenen Flaschen sehr gut hält.

*) Siehe Merck's Jahresberichte 1902, S. 75.

Hämateïn.

$C_{16}H_{12}O_6$. Molekulargewicht 300.1.

Rötlichbraune Tafeln mit gelblichgrünem Metallglanz. 100 Teile Wasser lösen bei 20° 0.06 Teile. Hämateïn ist schwer löslich in Äther und Alkohol, unlöslich in Chloroform und Benzol. Löslich ist es in Ammoniaklösung mit braunvioletter und in verdünnter Natronlauge mit hellroter Farbe.

Hämatoxylin.

$C_{16}H_{14}O_6 + 3H_2O$. Molekulargewicht 356.16.

Farblose oder blaßgelbe, tetragonale Säulen, die bei 100—120° unter Wasserverlust schmelzen. Beim langsamen Erkalten einer siedend heiß gesättigten Lösung scheidet sich das Hämatoxylin zuweilen mit 1 Molekül Wasser in rhombischen Kristallen aus. Hämatoxylin ist wenig löslich in kaltem Wasser und in Äther, leichter in Boraxlösung und in heißem Wasser, leicht löslich in Alkohol. Am Lichte färbt es sich allmählich rötlich und löst sich alsdann mit gelber Farbe. In Ammoniaklösung löst sich Hämatoxylin mit Purpurfarbe.

Als Indikator verwendet man Hämatoxylin in 0.5prozentiger alkoholischer Lösung.

Anmerkung. Über die Verwendung des Hämatoxylins als Indikator bei der Titration der Alkaloide siehe Kippenberger, Z. f. analyt. Ch. 1900, S. 201; ferner Meßner, Z. f. angew. Ch. 1903, S. 444, und Frerichs und Mannheim, Archiv der Pharmacie 1915, S. 117.

Hautpulver
für Gerbstoffbestimmung.

Weißes oder gelblichweißes, feinwolliges Pulver, welches aus bester, mit Kalk enthaarter und gut gewaschener Blöße hergestellt wird. Das Hautpulver soll

nur schwach riechen und darf insbesondere keinen Geruch nach Fäulnisprodukten zeigen.

1. Bestimmung der wasserlöslichen Stoffe*).

7 g Hautpulver werden in ein Glockenfilter, wie es von Procter angegeben wurde (siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 6. Auflage, Band IV, S. 333), gebracht. Sodann hängt man das Filter in ein ca. 150—200 ccm fassendes Becherglas, befestigt das Heberrohr mittels eines Halters, so daß die Glocke fast bis auf den Boden des Glases reicht und gießt in dasselbe zunächst nur wenig Wasser, um das gesamte Hautpulver mit demselben kapillar zu benetzen. Nachdem diese Durchfeuchtung des Pulvers in etwa 1 Stunde erfolgt ist, wird das Becherglas gefüllt und an dem Heberrohr vorsichtig gesaugt, bis das Filtrat langsam abtropft. Das Filtrat soll neutral gegen Lackmuspapier reagieren. Die Filtration von 90—100 ccm dauert etwa $1^1/_2$—2 Stunden. Die ersten abgeheberten 30 ccm läßt man weglaufen, die nächsten 50 ccm werden auf dem Wasserbade zur Trockene verdampft. Der Abdampfrückstand wird bis zum gleichbleibenden Gewichte im Luftbade bei 100—105° getrocknet. Das Gewicht dieses Trockenrückstandes soll nach den Beschlüssen der internationalen Konferenz der Chemiker für Lederindustrie 0.005 g nicht übersteigen.

2. Prüfung auf Kalk.

Man schüttelt 5 g Hautpulver mit 50 ccm verdünnter Salzsäure (1.061—1.063) aus und filtriert. Das Filtrat versetzt man mit Ammoniaklösung (0.96) im Über-

*) Da die Menge der wasserlöslichen Stoffe bei den verschiedenen Hautpulversorten ziemlich schwankt, so ist es stets erforderlich, bevor man eine Hautpulversorte für Gerbstoffanalysen verwendet, zunächst durch eine blinde Bestimmung die Menge der löslichen Stoffe in der oben beschriebenen Weise zu ermitteln.

schuß und Ammoniumoxalatlösung; es darf innerhalb 1 Stunde keine Trübung eintreten.

3. Bestimmung der Feuchtigkeit.

10 g Hautpulver dürfen beim Trocknen bei 100° nicht mehr als 1.3 g an Gewicht verlieren.

Hydrazinsulfat.
Hydrazinum sulfuricum.

$H_2N = NH_2 \cdot H_2SO_4$. Molekulargewicht 130.13.

Farblose Kristalle, löslich in 40 Teilen kaltem und 8 Teilen siedendem Wasser, unlöslich in Alkohol. Die wässerige Lösung (1 : 50) reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Hydrazinsulfat in 50 ccm Wasser darf nach Zusatz von Salpetersäure und Silbernitratlösung höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Hydrazinsulfat in 50 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammoniumlösung darf weder Grün- oder Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

3. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

1 g Hydrazinsulfat soll sich beim Erhitzen verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

4. Gehaltsbestimmung.

a) Acidimetrisch.

Die Lösung von 1 g Hydrazinsulfat in 100 ccm Wasser wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.13013 g Hydrazinsulfat, log. 11438.

b) Jodometrisch nach R. Stollé*).

1 g Hydrazinsulfat wird in 100 ccm Wasser gelöst; 10 ccm dieser Lösung werden nach Zusatz von 1 g Natriumbicarbonat unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.003253 g Hydrazinsulfat, log. 51228.

c) Gasvolumetrisch nach E. Ebler**) mit ammoniakalischer Kupfersulfatlösung oder Merkurisalzen in alkalischer Lösung.

Hydroxylaminhydrochlorid.
Hydroxylamin hydrochloricum.

$NH_2 OH \cdot HCl$. Molekulargewicht 69.50.

Farblose Kristalle, die sich in 1.5 Teilen Wasser oder 15 Teilen Alkohol sowie in Glycerin lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

 1 g salzsaures Hydroxylamin soll sich beim Erhitzen verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

2. Prüfung auf Ammoniumchlorid.

 Die alkoholische Lösung (1:20) darf mit Platinchloridlösung keinen Niederschlag geben.

3. Prüfung auf Schwefelsäure.

 Die Lösung von 2 g salzsaurem Hydroxylamin in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

---

*) Journ. für prakt. Chemie [N. F.] 1902, Band 66, S. 332. Die Reaktion verläuft nach der Gleichung: $H_2N = NH_2 \cdot H_2SO_4 + 4J = N_2 + 4HJ + H_2SO_4$.

**) Zeitschr. für anorg. Chemie 1905, Band 47, Seite 371 und 377.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Wird die Lösung von 1 g salzsaurem Hydroxylamin in 10 ccm Wasser mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion und sodann mit Schwefelammoniumlösung versetzt, so darf weder Grünfärbung der Flüssigkeit, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

Die Lösung von 1 g salzsaurem Hydroxylamin in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser kaum verändert werden.

5. Prüfung auf Arsen.

Eine Mischung von 1 g zerriebenem Hydroxylaminhydrochlorid und 3 ccm Zinnchlorürlösung darf innerhalb 1 Stunde keine dunklere Färbung annehmen.

6. Gehaltsbestimmung.

In einem Meßkölbchen von 200 ccm Inhalt löst man 1 g salzsaures Hydroxylamin in Wasser und füllt bis zur Marke auf. 20 ccm dieser Lösung werden mit einer Lösung von 5 g Ferriammoniumsulfat in 20 ccm Wasser und 10 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110 – 1.114) versetzt, 5 Minuten lang gekocht, sodann mit 250 ccm ausgekochtem Wasser verdünnt und mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.003475 g salzsaures Hydroxylamin, log. 54095.

Indigo.

1. Indigo, synthetisch (Indigotin).

$C_{16}H_{10}N_2O_2$. Molekulargewicht 262.10.

Dunkelblaues, feines Pulver, welches mindestens 95 % Indigoblau enthält. Indigo ist unlöslich in Wasser, Alkohol, Äther, verdünnten Säuren und Alkalien, löslich

in Eisessig, Chloroform und Anilin. Von 15 Teilen konzentrierter Schwefelsäure wird Indigo unter Bildung von Sulfosäuren gelöst.

1. Bestimmung des Aschengehaltes.

1 g Indigo darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen.

2. Bestimmung der Feuchtigkeit.

Beim Trocknen bei 100° darf 1 g Indigo nicht mehr als 0.005 g an Gewicht verlieren.

3. Bestimmung des Gehaltes an Indigoblau (Indigotin).

0.5 g fein zerriebener Indigo werden in einem Becherglase mit 10 g konzentrierter Schwefelsäure (1.84) unter häufigem Umrühren auf dem Wasserbade erwärmt, bis der Indigo gelöst ist; die Lösung wird in einen Meßkolben von 1 Liter Inhalt gespült und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. 50 ccm dieser Lösung werden in einer Porzellanschale nach dem Verdünnen mit 600 ccm Wasser mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert. Es wird bemerkt, daß als Endpunkt der Titration der Übergang der Farbe von Grün in Hellgelb und nicht etwa die beginnende Rotfärbung zu betrachten ist.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.007493 g Indigotin*), log. 87 466.

2. Indigo, aus Pflanzen.

Dunkelblaue, spezifisch leichte Stücke, welche beim Reiben mit einem Hornlöffel oder einem anderen harten Gegenstand kupferfarbigen Metallglanz annehmen.

Der Pflanzen-Indigo soll mindestens 60 % Indigoblau enthalten.

---

*) B. B. 1908, S. 1366.

1. Bestimmung des Aschengehaltes.

1 g Indigo darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.12 g Asche hinterlassen.

2. Bestimmung der Feuchtigkeit.

Wird 1 g Indigo bei 100° getrocknet, so darf die Gewichtsabnahme nicht mehr als 0.06 g betragen.

3. Bestimmung des Gehaltes an Indigoblau (Indigotin).

1 g fein zerriebener Indigo wird in einem Becherglase mit 20 g konzentrierter Schwefelsäure (1.84) auf dem Wasserbade unter häufigem Umrühren 1—2 Stunden erwärmt; die Lösung wird in einen Meßkolben von 1 Liter Inhalt gespült, mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt und filtriert. 50 ccm des Filtrates werden in einem Erlenmeyerkolben mit 50 ccm Wasser und 32 g Kochsalz versetzt. Nach 2stündigem Stehen wird filtriert, der Niederschlag mit gesättigter Kochsalzlösung ausgewaschen, sodann in heißem Wasser gelöst, die Lösung mit 500 ccm Wasser verdünnt und nach Zusatz von 1 ccm Schwefelsäure (1.84) mit $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

Es wird bemerkt, daß als Endpunkt der Titration der Übergang der Farbe von Grün in Hellgelb und nicht etwa die beginnende Rotfärbung zu betrachten ist.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal - Kaliumpermanganatlösung = 0.007493 g Indigotin*), log. 87 466.

Indigolösung (1 : 40).
Solutio Indici.

4 g synthetischer Indigo werden mit 28 g rauchender Schwefelsäure (8—10% SO_3) unter häufigem Umrühren

*) B. B. 1908, S. 1366.

auf dem Wasserbade erwärmt, bis der Indigo gelöst ist; diese Lösung läßt man nach dem Erkalten in 128 ccm Wasser einfließen.

Durch Verdünnen von 4 ccm der Indigolösung 1:40 mit 96 ccm Wasser wird die Indigolösung 1:1000 erhalten

---

Jod, doppelt sublimiert.
Jodum resublimatum.

J. Atomgewicht 126.92.

Schwarzgraue, metallisch glänzende, trockene, rhombische Tafeln oder Blättchen, welche in Alkohol, Äther und Chloroform leicht löslich sind. Jod löst sich in ungefähr 4500 Teilen Wasser, reichlich löst es sich in einer wässerigen Lösung von Kaliumjodid.

Das Präparat ist 100 prozentig.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

 1 g Jod soll sich beim Erhitzen verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

2. Prüfung auf Cyan, Chlor und Brom.

 20 ccm Wasser werden mit 0.5 g zerriebenem Jod geschüttelt und filtriert.

 Versetzt man die Hälfte des Filtrates tropfenweise mit schwefliger Säure bis zur Entfärbung, dann mit 1 Körnchen Ferrosulfat, 1 Tropfen Eisenchloridlösung und 2 ccm Natronlauge und erwärmt gelinde, so darf sich die Flüssigkeit beim Ansäuern mit Salzsäure nicht blau färben.

 Die andere Hälfte des Filtrates soll, mit 1 ccm Ammoniaklösung (0.96) und 5 Tropfen Silbernitratlösung (1:20) versetzt, ein Filtrat liefern, das auf Zusatz von 2 ccm Salpetersäure (1.150 — 1.152) höchstens eine Opaleszenz*), aber keinen Niederschlag gibt.

---

*) Das Filtrat enthält Spuren von Jodsilber gelöst; es wird deshalb beim Ansäuern mit Salpetersäure stets Opaleszenz eintreten.

3. Gehaltsbestimmung.

0.5 g Jod und 2 g Kaliumjodid werden in 1 ccm Wasser gelöst; die Lösung wird mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung*) titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.012692 g Jod, log. 10352.

Jodeosin.
Tetrajodfluoresceïn, Eosinum jodatum.

$C_{20}H_8J_4O_5$. Molekulargewicht 835.74.

Scharlachrotes Pulver, welches sich in Alkohol mit tiefroter, in Äther mit gelbroter Farbe löst. In Wasser, welches mit einer Spur Salzsäure angesäuert ist, soll Jodeosin unlöslich sein.

Der Indikator wird bereitet, indem man 1 g Jodeosin in 100 ccm siedendem Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) löst, die Lösung mit Alkohol auf 500 ccm ergänzt und nach ungefähr 24 Stunden filtriert.

Prüfung.

In einer Glasstöpselflasche aus weißem Glase übergießt man 100 ccm Wasser nach Zusatz von 5 Tropfen Jodeosinlösung mit ungefähr 30 ccm Äther. Sodann läßt man aus einer Bürette tropfenweise $^1/_{100}$ Normal-Salzsäure zufließen, nach jedem Tropfen die Mischung kräftig umschüttelnd, bis das Wasser gerade farblos geworden ist. Hierauf gibt man abermals 5 Tropfen Jodeosinlösung hinzu. Nach erneutem Schütteln darf die wässrige Schicht sich nicht oder nur sehr schwach rosa gefärbt haben. Jedenfalls muß eingetretene Färbung nach Zusatz von 1 Tropfen $^1/_{100}$ Normal-Salzsäure verschwinden.

Anmerkung. Über die Verwendung des Jodeosins bei Alkaloidbestimmungen siehe Z. f. analyt. Ch. 1900, S. 205, Apotheker-Ztg. 1912, S. 850 und Merck's Berichte 1900, S. 9 und 32.

---

*) Der Wirkungswert der $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung soll mit Kaliumbijodat kontrolliert werden.

Jodsäure.
Acidum jodicum cryst.

HJO_3. Molekulargewicht 175.93.

Farblose, rhombische Kristalle oder weißes, kristallinisches Pulver, in Wasser sehr leicht (1 : 1), in Alkohol sehr schwer löslich. Die wässerige Lösung rötet blaues Lackmuspapier zuerst und bleicht es dann. Beim Erhitzen verflüchtigt sich Jodsäure unter Entwicklung violetter Dämpfe.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   2 g Jodsäure sollen sich beim Erhitzen verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

2. Prüfung auf Löslichkeit.

   1 g Jodsäure soll sich in 1 ccm Wasser vollständig und farblos lösen.

3. Gehaltsbestimmung.

   Man löst 1 g Jodsäure in Wasser und verdünnt die Lösung auf 100 ccm; 10 ccm dieser Lösung werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit 2 g Kaliumjodid und 5 ccm verdünnter Schwefelsäure versetzt. Man titriert das freigewordene Jod unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

   1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.002932 g Jodsäure, log. 46716.

Jodsäure-Anhydrid.
Acidum jodicum anhydricum.

J_2O_5. Molekulargewicht 333.84.

Weißes, kristallinisches Pulver, in Wasser unter Bildung des Hydrats — HJO_3 — löslich, unlöslich in absolutem Alkohol und Äther.

Die Prüfungen und die Gehaltsbestimmung werden ausgeführt, wie bei Jodsäure beschrieben wurde.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal - Natriumthiosulfatlösung = 0.002782 g Jodsäure-Anhydrid, log. 44.436.

Jodwasser.
Aqua Jodi.

Gesättigte, wässerige Lösung von Jod (ca. 0.2 g Jod in 1000 ccm).

Bestimmung des Gehaltes an Jod.

100 ccm Jodwasser werden mit $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.012692 g Jod, log. 10353.

Jodwasserstoffsäure.
Acidum hydrojodicum.

HJ. Molekulargewicht 127.93.

1. Jodwasserstoffsäure vom spez. Gewicht 1.50.

Farblose Flüssigkeit, die sich unter dem Einfluß von Licht und Luft infolge Ausscheidung von Jod rasch gelb bis braun färbt. Spezifisches Gewicht 1.50. Die Säure enthält ca. 43 % Jodwasserstoffsäure.

1. Prüfung auf Phosphor und nicht flüchtige Verunreinigungen.

5 g Jodwasserstoffsäure dürfen nach dem Verdampfen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen; derselbe darf beim schwachen Glühen sich nicht entzünden. Nach dem Glühen soll kein wägbarer Rückstand verbleiben.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

Werden 3 ccm Jodwasserstoffsäure mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf innerhalb 15 Stunden Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgen.

3. Prüfung auf Schwermetalle und Erden.

10 ccm Jodwasserstoffsäure werden mit 100 ccm Wasser verdünnt; beim Einleiten von Schwefelwasserstoff darf kein dunkelgefärbter Niederschlag abgeschieden werden; nach dem Übersättigen mit Ammoniaklösung und Zusatz von Schwefelammoniumlösung darf weder Grünfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

Die mit Ammoniaklösung übersättigte Lösung von 3 ccm Jodwasserstoffsäure in 30 ccm Wasser darf durch Ammoniumoxalatlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Chlor- und Bromwasserstoff.

1 g Jodwasserstoffsäure wird mit 20 ccm Wasser verdünnt, mit Silbernitratlösung im Überschuß versetzt und nach Zufügen von 30 ccm Ammoniaklösung (0.96) gut geschüttelt. Man filtriert; das Filtrat darf nach dem Ansäuern mit Salpetersäure nur schwache Trübung*) zeigen, keineswegs darf ein Niederschlag abgeschieden werden.

5. Gehaltsbestimmung.

5 g Jodwasserstoffsäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 17 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.12793 g Jodwasserstoff, log. 10697.

---

*) Eine schwache Trübung muß gestattet sein, da Jodsilber in Ammoniaklösung nicht vollständig unlöslich ist.

2. Jodwasserstoffsäure vom spez. Gewicht 1.70 für Methoxylbestimmung nach Zeisel.

Gelb oder braun gefärbte Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.70. Die Säure enthält ca. 57 % Jodwasserstoff.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

5 g Jodwasserstoffsäure dürfen nach dem Verdampfen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen; nach dem Glühen darf kein wägbarer Rückstand verbleiben.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

Wird die Lösung von 3 ccm Jodwasserstoffsäure in 50 ccm Wasser mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf innerhalb 15 Stunden Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgen.

3. Gehaltsbestimmung.

Die Lösung von 5 g Jodwasserstoffsäure in 50 ccm Wasser wird unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.12793 g Jodwasserstoff, log. 10 697.

Jodzinkstärkelösung.
Liquor Amyli cum Zinco jodato.

Farblose, klare oder nur schwach opalisierende Flüssigkeit.

Prüfung.

Eine Mischung von 1 ccm Jodzinkstärkelösung und 20 ccm Wasser soll auf Zusatz von einem Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung intensiv blau gefärbt werden.

Wird 1 ccm Jodzinkstärkelösung mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit verdünnter Schwefelsäure versetzt, so darf Blaufärbung nicht eintreten.

Kalilauge.
Liquor Kalii caustici pur.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.3, welche in 100 Teilen ca. 32 Teile Kaliumhydroxyd enthält.

Kalilauge vom spezifischen Gewicht 1.138—1.140 enthält ca. 15% Kaliumhydroxyd.

Die Prüfungen und die Gehaltsbestimmung werden ausgeführt, wie bei Kaliumhydroxyd, rein, beschrieben wurde; es sollen dazu für 1 g Kaliumhydroxyd, rein, 2.6 g = 2 ccm Kalilauge (1.3) oder 5.7 g = 5 ccm (1.138 bis 1.140) verwendet werden.

Kaliumacetat, in Lösung.
Liquor Kalii acetici.

Klare, farblose, neutrale oder höchstens schwach sauer reagierende Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.176—1.180. 100 Teile enthalten ca. 33 Teile Kaliumacetat.

1. Prüfung auf Chlorid.

   5 ccm Kaliumacetatlösung dürfen, mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) versetzt, durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

   Werden 10 ccm Kaliumacetatlösung mit 10 ccm Wasser verdünnt und mit 5 ccm Salzsäure (1.124 bis 1.126) versetzt, so darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung keine Veränderung eintreten.

3. Prüfung auf Kalk.

   Eine Mischung von 10 ccm Kaliumacetatlösung und 10 ccm Wasser darf nach Zusatz von Ammoniumoxalatlösung innerhalb 3 Stunden keine Abscheidung von Calciumoxalat zeigen.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Eine Mischung von 15 ccm Kaliumacetatlösung und 15 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf weder eine grüne oder braune Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

5. Prüfung auf Eisen.

Werden 5 ccm Kaliumacetatlösung mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit 1 ccm Salzsäure (1.124 bis 1.126) und Kaliumrhodanidlösung versetzt, so darf Rotfärbung nicht eintreten.

Kaliumbicarbonat.
Kalium bicarbonicum cryst.

$KHCO_3$. Molekulargewicht 100.11.

Farblose, durchsichtige, rhombische Säulen oder Tafeln, welche sich in 4 Teilen Wasser lösen.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 3 g Kaliumbicarbonat in 50 ccm Wasser darf, mit 10 ccm Salpetersäure (1.150 bis 1.152) versetzt, nach Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

2. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 3 g Kaliumbicarbonat in 20 ccm Wasser und 10 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110 bis 1.114) wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1 : 1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

3. Prüfung auf Sulfat.

Wird die Lösung von 3 g Kaliumbicarbonat in 50 ccm Wasser und 6 ccm Salzsäure (1.124—1.126)

einige Minuten lang gekocht und mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgen.

4. Prüfung auf Phosphat.

5 g Kaliumbicarbonat werden in 50 ccm Wasser gelöst. Man versetzt die Lösung mit 50 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und 25 ccm Ammoniummolybdatlösung. Beim Erwärmen auf 30 – 40° darf innerhalb 2 Stunden Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht eintreten.

5. Prüfung auf Silikat.

Die Lösung von 5 g Kaliumbicarbonat in 20 ccm Wasser und 15 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) wird in einer Platinschale auf dem Wasserbade eingedampft. Der Abdampfrückstand wird eine halbe Stunde bei ungefähr 120° getrocknet und sodann in 3 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 25 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung soll vollständig klar sein.

6. Prüfung auf Kalk, Tonerde und Schwermetalle.

Man versetzt die Lösung von 5 g Kaliumbicarbonat in 25 ccm Wasser und 15 ccm verdünnter Essigsäure (1.040 – 1.042) mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und erwärmt die Mischung eine halbe Stunde auf dem Wasserbade; es darf keine flockige Abscheidung eintreten. Durch Zusatz von Ammoniumoxalatlösung und Schwefelammoniumlösung darf die Flüssigkeit nicht verändert werden.

7. Prüfung auf Eisen.

Man erhitzt die Lösung von 1 g Kaliumbicarbonat in 3 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und 10 ccm Wasser zum Kochen und gibt nach dem Erkalten Kaliumrhodanidlösung zu; es darf keine Rötung der Flüssigkeit auftreten.

8. Bestimmung des Glührückstandes.

1 g Kaliumbicarbonat soll nach dem Glühen 0.69 g Rückstand hinterlassen.

9. Gehaltsbestimmung.

Die Lösung von 1 g Kaliumbicarbonat in 50 ccm Wasser wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.10011 g Kaliumbicarbonat, log. 00047.

Kaliumbichromat.
Doppelt chromsaures Kalium.
Kalium bichromicum.

$K_2 Cr_2 O_7$. Molekulargewicht 294.2.

Dunkelgelbrote, trikline Säulen oder Tafeln, löslich in 10 Teilen kaltem oder etwa 1.5 Teilen siedendem Wasser. Die wässerige Lösung rötet blaues Lackmuspapier.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Kaliumbichromat in 100 ccm Wasser wird mit 30 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und Baryumchloridlösung versetzt. Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

2. Prüfung auf Chlorid.

Man versetzt die Lösung von 1 g Kaliumbichromat in 20 ccm Wasser mit 10 ccm Salpetersäure (1.150 bis 1.152) und erwärmt das Gemisch auf ca. 50°. Nach Zusatz von einigen Tropfen Silbernitratlösung darf innerhalb 5 Minuten keine Trübung eintreten.

3. Prüfung auf Tonerde und alkalische Erden.

Die Lösung von 2 g Kaliumbichromat in 30 ccm Wasser darf nach Zusatz von 10 ccm Ammoniak-

lösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung innerhalb 15 Stunden keinen Niederschlag abscheiden.

4. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Kaliumbichromat in 100 ccm Wasser; 20 ccm dieser Lösung werden in einer Glasstöpselflasche von ca. 400 ccm Inhalt mit 2 g Kaliumjodid und 20 ccm Salzsäure (1.124—1.126) versetzt und nach 10 Minuten mit 350 ccm ausgekochtem Wasser verdünnt. Das ausgeschiedene Jod wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.0049033 g Kaliumbichromat, log. 69049.

Kaliumbijodat.
Saures jodsaures Kalium. Kalium bijodicum.

$KJO_3 \cdot HJO_3$. Molekulargewicht 389.95.

Kleine, weiße Kristalle, welche sich in 20 Teilen kaltem Wasser klar und vollständig lösen.

Das Präparat ist 100prozentig.

1. Prüfung auf Chlorat.

Die Lösung von 0.2 g Kaliumbijodat in 20 ccm Wasser wird mit 20 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 10 ccm Silbernitratlösung (1 : 20) versetzt; nach tüchtigem Umschütteln wird filtriert. Wird das Filtrat nach Zusatz von 10 ccm chloridfreier Formaldehydlösung (ca. 35 %) zum Sieden erhitzt, so darf weder Trübung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

2. Gehaltsbestimmung.

Die Gehaltsbestimmung kann sowohl auf acidimetrischem wie auf jodometrischem Wege ausgeführt werden.

Das für die quantitative Untersuchung bestimmte Salz ist im Wassertrockenschrank (98°) bis zur Gewichtskonstanz zu trocknen.

a) Zur Bestimmung auf acidimetrischem Wege verwendet man ca. 3.5 g Kaliumbijodat, welche in 200 ccm Wasser gelöst werden. Die Titration erfolgt mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge in siedender Lösung unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator.

   1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.07799 g Kaliumbijodat, log. 89204.

b) Bestimmung auf jodometrischem Wege: Man löst 1.5 g Kaliumbijodat in 200 ccm Wasser; 20 ccm dieser Lösung werden mit 3 g Kaliumjodid und 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) versetzt. Nach dem Verdünnen der Flüssigkeit mit 100 ccm Wasser wird das ausgeschiedene Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert.

   1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.00324958 g Kaliumbijodat, log. 51182.

Man kann ferner das Kaliumbijodat auf seine richtige Zusammensetzung prüfen, indem man die durch Versuch b) ermittelte Jodmenge mit derjenigen vergleicht, die aus dem Kaliumbijodat durch Kaliumjodid ohne Zusatz einer Säure in Freiheit gesetzt wird.

Wie aus den unten angeführten Gleichungen zu ersehen ist, wird aus Kaliumbijodat, wenn die Umsetzung durch Kaliumjodid ohne Säurezusatz stattfindet, genau der zwölfte Teil der Jodmenge in Freiheit gesetzt, welche man erhält, falls dieselbe Menge Kaliumbijodat bei Gegenwart von Salz- oder Schwefelsäure durch Kaliumjodid zersetzt wird.

Die Ermittelung der Jodmenge, welche in Freiheit gesetzt wird, wenn die Bijodatzersetzung ohne

Säurezusatz stattfindet, wird folgendermaßen ausgeführt:

Die Lösung von 1 g Kaliumbijodat in 20 ccm Wasser wird mit 3 g vollständig neutralem Kaliumjodid versetzt. Man verdünnt mit 100 ccm Wasser und titriert das ausgeschiedene Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung. Es ist notwendig, daß das für diesen Versuch verwendete Wasser frei von Kohlensäure, also gut ausgekocht ist.

Die durch diesen und den unter b) beschriebenen Versuch bestimmten Jodmengen und selbstverständlich auch die Zahl der Kubikzentimeter, die bei den Titrationen verbraucht wurden, verhalten sich, wenn man der Berechnung ein und dieselbe Menge Kaliumbijodat zugrunde legt, wie 1 : 12.

Dieser Prüfung kommt deswegen eine besondere Bedeutung zu, weil man, ohne den genauen Wirkungswert der Natriumthiosulfatlösung zu kennen, die richtige Zusammensetzung des Präparates kontrollieren kann.

Anmerkung. Der Verlauf der Bijodatzersetzung durch Kaliumjodid ohne Säurezusatz läßt sich durch folgende Gleichungen darstellen:

1. $5\,KHJ_2O_6 + 5\,KJ = 10\,KJO_3 + 5\,HJ$
2. $KHJ_2O_6 + 5\,HJ = KJO_3 + 6\,J + 3\,H_2O$

also: $1\,KHJ_2O_6 = 1\,J.$

Bei Säurezusatz vollzieht sich die Reaktion im Sinne der Gleichung:

$$KHJ_2O_6 + 10\,KJ + 11\,HCl = 11\,KCl + 6\,H_2O + 12\,J.$$

Demnach entspricht einem Molekül Bijodat die Menge von 12 Atomen Jod.

Kaliumbisulfat.
Saures schwefelsaures Kalium.
Kalium bisulfuricum cryst.

$KHSO_4$. Molekulargewicht 146.18.

Farblose Kristalle, leicht löslich in Wasser. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die wässerige Lösung (1:20) darf nach Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Kaliumbisulfat in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; versetzt man die Flüssigkeit mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung, so darf weder Fällung, noch Grün- oder Braunfärbung eintreten.

3. Prüfung auf Arsen.

Die Mischung von 1 g zerriebenem Kaliumbisulfat mit 3 ccm Zinnchlorürlösung darf im Laufe einer Stunde keine dunklere Färbung annehmen.

4. Gehaltsbestimmung.

Die Lösung von 1 g Kaliumbisulfat in 50 ccm Wasser wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.13618 g Kaliumbisulfat, log. 13411.

Kaliumbisulfit
siehe
Kaliummetabisulfit.

Kaliumbitartrat.
Saures weinsaures Kalium. Weinstein.
Kalium bitartaricum.

$KH\,C_4\,O_6\,H_4$. Molekulargewicht 188.14.

Weißes, kristallinisches Pulver, in ungefähr 200 Teilen kaltem und 20 Teilen siedendem Wasser löslich, in

Alkohol hingegen unlöslich. Weinstein löst sich auch in Natronlauge und in Kaliumcarbonatlösung unter Entwicklung von Kohlensäure.

Das Präparat ist 100prozentig.

1. Prüfung auf Feuchtigkeit.

5 g Weinstein dürfen beim Trocknen bei 100° keinen Gewichtsverlust erleiden.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Weinstein in 20 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Weinstein in 20 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) darf nach Zusatz von Baryumnitratlösung innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Werden 10 ccm Natronlauge mit 2 g Weinstein erwärmt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

5. Prüfung auf Kalk.

1 g Weinstein wird in 5 ccm verdünnter Essigsäure (1.040–1.042) und 25 ccm Wasser unter Erhitzen gelöst. Man läßt vollständig erkalten, filtriert und versetzt das Filtrat mit einigen Tropfen Ammoniumoxalatlösung. Die Flüssigkeit darf innerhalb 1 Stunde nicht getrübt werden.

6. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 3 g Weinstein in 25 ccm Wasser und 25 ccm Ammoniaklösung (0.96) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

7. Gehaltsbestimmung.

a) Die Lösung von 5 g Weinstein in 250 ccm heißem Wasser wird unter Anwendung von

Phenolphthaleïn als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.18814 g Weinstein, log. 27 448.

b) 3 g Weinstein werden in einem Platintiegel vorsichtig eingeäschert; der Glührückstand wird in Wasser gelöst und die Lösung unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert.

Kaliumbromat.
Bromsaures Kalium.
Kalium bromicum.

$KBrO_3$. Molekulargewicht 167.02.

Weiße Kristalle oder kristallinisches Pulver, in 15 Teilen kaltem oder 2 Teilen siedendem Wasser löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral. Das Präparat ist 100 prozentig.

1. Prüfung auf Kaliumbromid.

Die Lösung von 2 g Kaliumbromat in 30 ccm Wasser darf nach Zusatz von verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) sich nicht sofort gelb färben.

2. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1.25 g Kaliumbromat *) in 200 ccm Wasser; zu 20 ccm dieser Lösung fügt man zuerst 3 g Kaliumjodid und dann 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) hinzu und titriert das ausgeschiedene Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.00278366 g Kaliumbromat, log. 44 461.

---

*) Das Salz ist über Schwefelsäure zu trocknen.

Kaliumbromid.
Bromkalium. Kalium bromatum.

KBr. Molekulargewicht 119.02.

Farblose, würfelförmige, glänzende, luftbeständige Kristalle, in 2 Teilen Wasser und in etwa 200 Teilen Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) löslich.

1. Prüfung auf Kaliumcarbonat.

   Zerriebenes Kaliumbromid darf angefeuchtetes rotes Lackmuspapier nicht sofort bläuen. Die wässerige Lösung (1:20) darf durch Phenolphthaleïnlösung nicht gerötet werden.

2. Prüfung auf bromsaures Kalium.

   Die wässerige Lösung (1:10) darf nach Zusatz von verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) keine Färbung annehmen; Chloroform, welches mit dieser Mischung geschüttelt wird, darf sich nicht gelb färben.

3. Prüfung auf Schwermetalle, Kaliumsulfat und Baryumsalz.

   Je 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) dürfen weder durch Schwefelwasserstoffwasser noch durch Baryumnitratlösung, noch durch verdünnte Schwefelsäure (1.110—1.114) verändert werden.

4. Prüfung auf Jodid.

   Die wässerige Lösung (1:20) darf nach Zusatz von 3 Tropfen Eisenchloridlösung und Stärkelösung innerhalb 10 Minuten keine Blaufärbung zeigen.

5. Gehaltsbestimmung und Prüfung auf einen zu großen Gehalt an Kaliumchlorid*).

   50 ccm einer Lösung von 3 g des bei 100° getrockneten Salzes in 500 ccm Wasser dürfen nach

*) Kaliumbromid enthält stets Kaliumchlorid; die Menge desselben beträgt, wenn das Präparat der angegebenen Prüfung entspricht, nicht mehr als 1.3 %.

Zusatz von einigen Tropfen Kaliumchromatlösung nicht weniger als 25.1 und nicht mehr als 25.4 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung bis zur bleibenden roten Färbung verbrauchen.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.011902 g Kaliumbromid, log. 07562.

Berechnung des Gehaltes an Kaliumchlorid*):

$$y = 2x - 168$$

x sind die für 1 g Kaliumbromid verbrauchten ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung.

Kaliumcarbonat.
Kohlensaures Kalium. Kalium carbonicum.

K_2CO_3. Molekulargewicht 138.20.

Weißes, körniges, hygroskopisches Pulver, welches sich in 1 Teil Wasser löst, in absolutem Alkohol aber unlöslich ist. Das Präparat enthält wenigstens 99% kohlensaures Kalium.

1. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Kaliumcarbonat in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

Die mit Essigsäure angesäuerte Lösung von 1 g Kaliumcarbonat in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Kaliumcarbonat in 20 ccm Wasser darf nach dem Ansäuern mit Salpetersäure durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

Werden 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) mit Salzsäure angesäuert, sodann einige Minuten

---

*) Pharmazeutische Zeitung 1911, Seite 505.

lang gekocht und mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgen.

4. Prüfung auf Nitrat.

Wird eine Lösung von 0.2 g Kaliumcarbonat in 2 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110–1.114) mit 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure gemischt und nach dem Erkalten mit 1 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet, so darf an der Berührungsfläche der beiden Schichten keine gefärbte Zone entstehen.

5. Prüfung auf Kaliumcyanid.

Man löst 0.5 g Ferrosulfat in 5 ccm Wasser, fügt 5 ccm Kaliumcarbonatlösung (1:20) und 1 oder 2 Tropfen Eisenchloridlösung hinzu und erwärmt auf etwa 60—70°; versetzt man das Gemisch mit Salzsäure bis zur sauren Reaktion, so darf weder eine Grünfärbung, noch Abscheidung eines blau gefärbten Niederschlages eintreten.

6. Prüfung auf Sulfid, Sulfit und Thiosulfat.

Wird 1 ccm der wässerigen Lösung (1:20) in 10 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung gegossen, so soll ein gelblichweißer Niederschlag entstehen, welcher beim Erwärmen auf 60—70° nicht dunkler (grau, bräunlich bis schwarz) gefärbt wird.

7. Prüfung auf Phosphat.

Die Lösung von 5 g Kaliumcarbonat in 50 ccm Wasser und 50 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) wird mit 25 ccm Ammoniummolybdatlösung versetzt; nach 2stündigem Stehen bei ca. 40° darf Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht erfolgt sein.

8. Prüfung auf Silikat.

Die Lösung von 5 g Kaliumcarbonat in 20 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 20 ccm Wasser wird in einer Platinschale zur Trockene verdampft; der

Abdampfrückstand wird eine halbe Stunde bei ungefähr 120° getrocknet und sodann in 3 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 25 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung soll vollständig klar sein.

9. Prüfung auf Tonerde und Kalk.

Man versetzt die Lösung von 5 g Kaliumcarbonat in 25 ccm Wasser und 25 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042) mit 12 ccm Ammoniaklösung (0.96) und erwärmt die Mischung eine halbe Stunde lang auf dem Wasserbade; es darf keine flockige Abscheidung eintreten. Durch Zusatz von Ammoniumoxalatlösung darf die Flüssigkeit nicht verändert werden.

10. Prüfung auf Chlorat.

Man versetzt die Lösung von 2 g Kaliumcarbonat in 20 ccm Wasser mit 20 ccm Salzsäure (1.124—1,126) und 5 Tropfen Jodkaliumstärkelösung; es darf innerhalb 1 Stunde keine Blaufärbung auftreten.

11. Gehaltsbestimmung.

Die Lösung von 1 g Kaliumcarbonat in 50 ccm Wasser wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Farbenwechsel sollen mindestens 14.3 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.0691 g Kaliumcarbonat, log. 83948.

Kaliumcarbonat, in Lösung.
Liquor Kalii carbonici.

Klare, farblose, alkalisch reagierende Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.334—1.338. 100 Teile enthalten ungefähr 33 Teile Kaliumcarbonat.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie bei Kaliumcarbonat beschrieben wurde, jedoch sind für 1 g Kaliumcarbonat 3 ccm Kaliumcarbonatlösung zu verwenden.

Gehaltsbestimmung.

5 g Kaliumcarbonatlösung werden mit 30 ccm Wasser verdünnt und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 23.7 ccm Normal-Salzsäure erforderlich sein.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.0691 g Kaliumcarbonat, log. 83 948.

Kaliumchlorat. Chlorsaures Kalium. Kalium chloricum.

$KClO_3$. Molekulargewicht 122.56.

Farblose, glänzende, blätterige Kristalle, in 17 Teilen kaltem, 2 Teilen siedendem Wasser und in 130 Teilen Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) löslich; in absolutem Alkohol und in Äther ist Kaliumchlorat so gut wie unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert neutral.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Kaliumchlorat in 20 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Kaliumchlorat in 20 ccm Wasser wird mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf Nitrat.

Wird 1 g Kaliumchlorat mit 5 ccm Natronlauge (1.3) und je 0.5 g Zinkstaub und Eisenpulver erwärmt, so darf sich kein Ammoniak entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

4. Prüfung auf Bromat.

Man versetzt eine Lösung von 2 g Kaliumchlorat in 100 ccm Wasser mit 5 ccm Kaliumjodidlösung (10%), 5 ccm Normal-Salzsäure und 2 ccm Stärkelösung; es darf innerhalb 10 Minuten höchstens eine schwache Blaufärbung auftreten. Auf Zusatz eines Tropfens $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung soll diese Färbung wieder verschwinden.

5. Prüfung auf Kalk.

Die Lösung von 1 g Kaliumchlorat in 20 ccm Wasser darf durch Ammoniumoxalatlösung nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 3 g Kaliumchlorat in 30 ccm warmem Wasser soll klar sein und darf durch Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

7. Prüfung auf Arsen.

20 g Kaliumchlorat werden in einer Porzellanschale mit 150 ccm Salzsäure (1.124—1.126) übergossen. Sobald die Chlorentwicklung nachgelassen hat, wird die Lösung auf dem Wasserbade bis zum Verschwinden des Chlorgeruches erwärmt.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt die erkaltete und mit Wasser verdünnte Lösung in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

8. Prüfung auf Chlorite und Hypochlorite.

Man versetzt die Lösung von 5 g Kaliumchlora in 100 ccm Wasser mit einem Tropfen Jodkalium-

stärkelösung; es darf weder sofort, noch nach Zusatz von 2 ccm Normal-Schwefelsäure eine Blaufärbung auftreten.

9. Gehaltsbestimmung*).

Man bringt in einen Glaskolben von 250 ccm Inhalt 10 ccm einer Lösung von 0.5 g Kaliumchlorat in 100 ccm Wasser und 25 ccm einer sauren Ferrosulfatlösung**), verschließt alsdann den Kolben mit einem Contat-Ventil***) und kocht 10 Minuten lang. Nach erfolgter Abkühlung fügt man 10 ccm saure Manganosulfatlösung****) zu und titriert das nicht oxydierte Eisenoxydul mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung zurück. Nebenher titriert man unter denselben Bedingungen 25 ccm der sauren Ferrosulfatlösung und zieht von den hierbei verbrauchten ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung die bei der Titration verbrauchten Kubikzentimeter ab.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.00204266 g Kaliumchlorat, log. 31019.

Kaliumchlorid.
Chlorkalium, Kalium chloratum.

KCl. Molekulargewicht 74.56.

Farblose, würfelförmige Kristalle oder weißes Kristallpulver, löslich in 3 Teilen kaltem Wasser. In absolutem Alkohol und in Äther ist Kaliumchlorid unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert neutral.

---

*) Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VII. Auflage, Band I, S. 991.

**) Lösung von 5 g Ferrosulfat in 90 ccm Wasser und 10 ccm Schwefelsäure (1.84).

***) Chem.-Ztg. 1898, S. 298.

****) Lösung von 10 g Manganosulfat in 95 ccm Wasser und 5 ccm Schwefelsäure (1.84).

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Kaliumchlorid in 20 ccm Wasser und 2 ccm Salzsäure (1.124—1.126) darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

2. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 1 g Kaliumchlorid in 10 ccm Wasser wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

3. Prüfung auf Chlorat.

Die Lösung von 1 g Kaliumchlorid in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Jodzinkstärkelösung und Salzsäure keine blaue Farbe annehmen.

4. Prüfung auf Magnesia.

Die Lösung von 1 g Kaliumchlorid in 5 ccm Wasser wird mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Natriumphosphatlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung erfolgt sein.

5. Prüfung auf alkalische Erden und Schwermetalle.

Die Lösung von 3 g Kaliumchlorid in 50 ccm Wasser darf weder durch Ammoniumoxalatlösung, noch durch Natriumcarbonatlösung, noch durch Schwefelammoniumlösung verändert werden.

Kaliumchromat.
Kalium chromicum flavum.

$K_2 Cr O_4$. Molekulargewicht 194.2.

Gelbe, rhombische, luftbeständige Kristalle, welche in 2 Teilen kaltem Wasser löslich sind. Die wässerige

Lösung (1:20) zeigt gegen Lackmuspapier schwach alkalische Reaktion.

1. Prüfung auf freies Alkali.

Die Lösung von 0.1 g Kaliumchromat in 25 ccm Wasser darf auf Zusatz von einigen Tropfen Phenolphthaleïnlösung keine rote Farbe annehmen.

2. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Kaliumchromat in 100 ccm Wasser wird mit 30 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und Baryumchloridlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf Chlorid.

Man versetzt die Lösung von 1 g Kaliumchromat in 20 ccm Wasser mit 10 ccm Salpetersäure (1.150 bis 1.152) und erwärmt das Gemisch auf ca. 50°. Nach Zusatz von einigen Tropfen Silbernitratlösung darf innerhalb 5 Minuten keine Trübung oder Abscheidung eintreten.

4. Prüfung auf Tonerde und Kalk.

Die Lösung von 2 g Kaliumchromat in 30 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung innerhalb 15 Stunden keinen Niederschlag abscheiden.

5. Gehaltsbestimmung.

Man löst 3 g Kaliumchromat in 200 ccm Wasser. 20 ccm dieser Lösung werden in einer Glasstöpselflasche von ca. 400 ccm Inhalt mit 2 g Kaliumjodid und 20 ccm Salzsäure (1.124—1.126) versetzt und nach 10 Minuten mit 350 ccm Wasser verdünnt. Das ausgeschiedene Jod wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.0064733 g K_2CrO_4, log. 81113.

Kaliumcyanid.
Cyankalium. Kalium cyanatum.

K C N. Molekulargewicht 65.11.

Weißes Pulver, welches sich in 2 Teilen Wasser löst. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch. Kaliumcyanid ist leicht löslich in siedendem, verdünntem Alkohol (ca. 60 Gew.-Proz.), schwer in absolutem Alkohol. Das Präparat enthält mindestens 96% Kaliumcyanid.

1. Prüfung auf Schwefelkalium.

   Wird die Lösung von 1 g Kaliumcyanid in 20 ccm Wasser mit Bleiacetatlösung versetzt, so soll der entstehende Niederschlag eine rein weiße Farbe haben.

2. Prüfung auf Kaliumcarbonat, Kaliumsulfocyanid und Kaliumferrocyanid.

   Die Lösung von 1 g Kaliumcyanid in 20 ccm Wasser darf auf Zusatz von 5 ccm Salzsäure (1.124 bis 1.126) (Vorsicht!) nur wenig aufbrausen. Versetzt man die Flüssigkeit mit 1 Tropfen Eisenchloridlösung, so darf weder Rötung noch Blaufärbung eintreten.

3. Prüfung auf Kaliumsulfat.

   Die Lösung von 1 g Kaliumcyanid in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Chlorid.

   Man versetzt die Lösung von 0.5 g Kaliumcyanid in 100 ccm Wasser mit 2 ccm Kalilauge (1.138 bis 1.140) und 2 ccm Formaldehydlösung (30%). Nach einigen Minuten säuert man mit Salpetersäure an und gibt Silbernitratlösung zu. Es darf höchstens eine schwache Opaleszenz eintreten.

5. Prüfung auf Natrium.

Man dampft eine Lösung von 0,5 g Kaliumcyanid in 10 ccm Wasser mit 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) zur Trockene ein, löst alsdann den Rückstand in Wasser, neutralisiert, wenn nötig, mit Kalilauge und versetzt die Lösung mit einer wässerigen Lösung von pyroantimonsaurem Kalium. Es darf innerhalb 1 Stunde keine kristallinische Abscheidung erfolgen.

6. Prüfung auf Arsen.

Man dampft eine Lösung von 1 g Kaliumcyanid in 10 ccm Wasser mit 10 ccm Schwefelsäure (1.110 bis 1.114) zur Trockene ein und löst den Rückstand in Wasser.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh-schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt sodann die Lösung in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

7. Prüfung auf Sulfit.

Man dampft eine Lösung von 1 g Kaliumcyanid in 10 ccm Wasser mit 10 ccm Perhydrol und 5 ccm Kalilauge zur Trockene ein, löst den Rückstand in Wasser, säuert mit Salzsäure an und gibt Baryumchloridlösung zu; es darf innerhalb 1 Stunde keine Trübung eintreten.

8. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Kaliumcyanid in 100 ccm Wasser. 10 ccm dieser Lösung werden mit 90 ccm Wasser verdünnt, mit 1 Körnchen Natriumchlorid versetzt und mit $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung titriert, bis eine bleibende, weißliche Trübung eingetreten ist.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.013022 g Kaliumcyanid, log. 11467.

Kaliumferricyanid.
Rotes Blutlaugensalz, Kalium ferricyanatum.

$K_6 Fe_2 (CN)_{12}$. Molekulargewicht 658.38.

Rubinrote, glänzende Kristalle, in 2.5 Teilen kaltem und 1.5 Teilen siedendem Wasser löslich. Die wässerige Lösung (1:20) reagiert neutral.

1. Prüfung auf Eisenoxydulsalz.

   Die Lösung von 2 g Kaliumferricyanid in 400 ccm Wasser und 5 ccm Schwefelsäure (1.110—1.114) wird mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert; bis zum Farbenwechsel von Gelbgrün in Gelbrot dürfen höchstens 0.2 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung verbraucht werden*).

2. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Kaliumferricyanid in 20 ccm Wasser und 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

3. Prüfung auf Chlorid.

   Ein Gemisch von 0.5 g gepulvertem Kaliumferricyanid und 1 g Kaliumnitrat**) wird durch Eintragen von kleinen Mengen in einen zum Glühen erhitzten Porzellantiegel verpufft und sodann noch einige Minuten geglüht. Der Glührückstand wird mit 20 ccm Wasser ausgelaugt, die Lösung filtriert und das Filtrat nach Zusatz von 0.5 g Kaliumnitrat in einem Porzellantiegel zur Trockene eingedampft. Der Abdampfrückstand wird geschmolzen, bis die

*) Um den Farbenumschlag besser beobachten zu können, vergleicht man die Farbe der titrierten Lösung mit der einer Lösung von 2 g Kaliumferricyanid in 400 ccm Wasser und 5 ccm Schwefelsäure.

**) Der Salpeter ist auf Chlorid und Perchlorat zu prüfen; siehe unter Kaliumnitrat.

Masse ruhig fließt und die Schmelze nach dem Erkalten in 20 ccm Wasser gelöst. Wird diese Lösung nach Zusatz von 3 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) mit Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens Opaleszenz eintreten.

4. Gehaltsbestimmung.

Man löst 0.7 g Kaliumferricyanid in 50 ccm Wasser, fügt 3 g Kaliumjodid und 1.5 g eisenfreies Zinksulfat hinzu, schüttelt gut um und titriert das freie Jod unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.032919 g Kaliumferricyanid, log. 51745.

Kaliumferrocyanid.
Gelbes Blutlaugensalz, Kalium ferrocyanatum.

$K_4Fe(CN)_6 + 3H_2O$. Molekulargewicht 422.34.

Citronengelbe, ziemlich luftbeständige, tafelförmige Kristalle, die sich in 4 Teilen kaltem oder 2 Teilen siedendem Wasser lösen. Kaliumferrocyanid ist in Alkohol unlöslich. Die wässerige Lösung (1 : 20) reagiert neutral.

1. Prüfung auf Kaliumcarbonat.

Wird 1 g gepulvertes Kaliumferrocyanid mit verdünnter Schwefelsäure übergossen, so darf keine Gasentwicklung stattfinden.

2. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Kaliumferrocyanid in 20 ccm Wasser und 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) darf durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Chlorid.

Ein Gemisch von 0.5 g gepulvertem Kaliumferrocyanid und 1 g Kaliumnitrat*) wird durch Eintragen

*) Der Salpeter ist auf Chlorid und Perchlorat zu prüfen siehe unter Kaliumnitrat.

von kleinen Mengen in einen zum Glühen erhitzten Porzellantiegel verpufft und sodann noch einige Minuten geglüht. Der Glührückstand wird mit 20 ccm Wasser ausgelaugt, die Lösung filtriert und das Filtrat nach Zusatz von 0.5 g Kaliumnitrat in einem Porzellantiegel zur Trockene eingedampft. Der Abdampfrückstand wird geschmolzen, bis die Masse ruhig fließt und die Schmelze nach dem Erkalten in 20 ccm Wasser gelöst. Wird diese Lösung nach Zusatz von 3 ccm Salpetersäure (1.150 bis 1.152) mit Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens Opaleszenz eintreten.

4. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Kaliumferrocyanid in 200 ccm Wasser, fügt 10 ccm konzentrierte Schwefelsäure (1.84) hinzu und titriert mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung bis zum Farbenumschlag von Gelbgrün in Gelbrot.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.042234 g Kaliumferrocyanid, log. 62568.

Kaliumhydrosulfid.
Kaliumsulfhydrat, Kalium hydrosulfuratum.

$2KSH + H_2O$. Molekulargewicht 162.37.

Farblose, zerfließliche Kristalle*), leicht löslich in Wasser und Alkohol. Die Lösungen reagieren gegen Lackmuspapier stark alkalisch.

1. Prüfung auf Polysulfide.

Die Lösung von 1 g Kaliumsulfhydrat in 20 ccm Wasser sei farblos und klar. Versetzt man die Lösung mit Salzsäure bis zur sauren Reaktion, so

*) Das Präparat färbt sich unter Aufnahme von Sauerstoff aus der Luft und Bildung von Polysulfid rasch gelb. Es muß daher in gut verschlossenem Glase aufbewahrt werden.

erfolgt reichliche Entwicklung von Schwefelwasserstoff, wobei die Flüssigkeit schwach opalisierend getrübt wird. Abscheidung von Schwefel darf nicht eintreten.

2. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Kaliumhydrosulfid in 100 ccm Wasser. 10 ccm dieser Lösung verdünnt man in einem Joddestillationsapparat mit 30 ccm Wasser, läßt alsdann langsam 50 ccm verdünnte Salzsäure (1.061 – 1.063) zufließen und erhitzt im Kohlendioxydstrom etwa 10 Minuten lang. Den entweichenden Schwefelwasserstoff fängt man in 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung auf und titriert den Überschuß mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung und Stärkelösung als Indikator zurück.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.0040593 g $2KSH + H_2O$, log. 60845.

Kaliumhydroxyd.
Ätzkali. Kalium hydricum.

KOH. Molekulargewicht 56.11.

Das Kaliumhydroxyd kommt im chemischen Laboratorium in drei verschiedenen Sorten zur Verwendung, und zwar:

1. Kaliumhydroxyd,. reinst.
2. Kaliumhydroxyd, rein.
3. Kaliumhydroxyd, gereinigt.

Diese drei Präparate unterscheiden sich hauptsächlich durch den Gehalt an Chlorid, Sulfat, Silikat und Tonerde.

1. Kaliumhydroxyd, reinst.

Weiße, sehr hygroskopische Stücke, welche an den Bruchflächen kristallinische Struktur zeigen. Das Präparat enthält 82 – 85 % Kaliumhydroxyd.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Kaliumhydroxyd in 20 ccm Wasser und 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) darf nach Zusatz von einigen Tropfen Silbernitratlösung innerhalb einer Minute höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Nitrat.

a) Die Lösung von 2 g Kaliumhydroxyd und einem Körnchen Natriumchlorid in 10 ccm Wasser und 10 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110 — 1.114) wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

b) Man bringt die Lösung von 50 g Kaliumhydroxyd in 100 ccm Wasser in einen Destillationskolben, fügt 2 g Devarda'sche Legierung hinzu und verbindet den Destillationskolben mit einem Kugelaufsatz, Kühler und einer Vorlage, welche 2 – 3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält. Nach 1 – 2 stündigem Stehen destilliert man ca. 50 ccm ab. Das Destillat wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Zur Neutralisation des Ammoniaks aus dem Kaliumhydroxyd dürfen nicht mehr als 0.2 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure erforderlich sein.

3. Prüfung auf Nitrit.

Die Lösung von 1 g Kaliumhydroxyd in 10 ccm Wasser und 10 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110 – 1.114) darf nach Zusatz von Jodzinkstärkelösung keine blaue Farbe annehmen.

4. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Kaliumhydroxyd in 50 ccm Wasser wird mit 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) angesäuert, zum Sieden erhitzt und mit Baryum-

chloridlösung versetzt. Nach 15 stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

5. Prüfung auf Phosphat.

Die Lösung von 5 g Kaliumhydroxyd in 50 ccm Wasser wird mit 30 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und 25 ccm einer salpetersauren Lösung von Ammoniummolybdat versetzt; nach 2 stündigem Stehen bei ca. 40^0 darf keine gelbe Abscheidung erfolgt sein.

6. Prüfung auf Silikat.

5 g Kaliumhydroxyd werden in einer Platinschale in 25 ccm Wasser und 25 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) gelöst. Die Lösung wird auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft, der Rückstand eine halbe Stunde bei ca. 120^0 getrocknet und sodann in 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 90 ccm Wasser gelöst. Ein etwa unlöslicher Rückstand wird abfiltriert und ausgewaschen; die Menge desselben darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.001 g betragen.

7. Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

Die Lösung von 5 g Kaliumhydroxyd in 10 ccm Wasser darf nach dem Vermischen mit 50 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) innerhalb 1 Stunde keine Abscheidung geben.

8. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

5 g Kaliumhydroxyd sollen sich in 10 ccm Wasser klar und farblos lösen. Diese Lösung wird mit 25 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042), dann mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und nach dem Verdünnen mit 55 ccm Wasser auf dem Wasserbade erwärmt, bis der Geruch nach Ammoniak verschwunden ist. Nach Zusatz von einigen Tropfen Ammoniaklösung darf innerhalb 15 Stunden keine oder doch nur äußerst geringe flockige Abscheidung erfolgen. Im letzteren Falle wird der

Niederschlag abfiltriert und ausgewaschen; das Gewicht desselben darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.001 g betragen.

Mit dem Filtrat werden folgende Prüfungen ausgeführt: 50 ccm desselben versetzt man mit Ammoniumoxalatlösuug; nach 2 stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Calciumoxalat erfolgt sein.

Werden 50 ccm des Filtrates mit einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung versetzt, so darf weder Grün- noch Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

9. Gehaltsbestimmung, sowie Bestimmung des Gehalts an Kaliumcarbonat.

Die Lösung von 1 g Kaliumhydroxyd in 100 ccm Wasser wird kalt unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Verschwinden der Rotfärbung sollen mindestens 14.8 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. Nun setzt man 1 Tropfen Methylorange zu und titriert weiter bis zum Farbenumschlag nach Rot. Bei dieser zweiten Titration dürfen höchstens 0.20 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden (2.76% K_2CO_3)*).

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.05611 g Kaliumhydroxyd, log. 74904.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.0691 g Kaliumcarbonat, log. 83948.

---

*) Aus den Resultaten der beiden Titrationen wird der Gehalt an Kaliumhydroxyd und Kaliumcarbonat folgendermaßen berechnet:

Das Resultat der zweiten Titration mit 2 multipliziert gibt die Anzahl Kubikcentimeter, welche zur Neutralisierung des ursprünglich vorhandenen Kaliumcarbonats notwendig waren.

Werden von der Anzahl Kubikcentimeter, die bei der ersten Titration verbraucht wurden, die Anzahl Kubikcentimeter subtrahiert, welche bei der zweiten Titration nötig waren, so ergibt der Rest diejenige Menge Kubikcentimeter, welche zur Neutralisation des Kaliumhydroxyds erforderlich waren.

2. Kaliumhydroxyd, rein *).

Weiße, sehr hygroskopische Stangen oder Stücke mit kristallinischem Bruch. Das Präparat enthält mindestens 80 % Kaliumhydroxyd.

Die Prüfungen auf Nitrat und Sulfat werden ausgeführt wie bei Kaliumhydroxyd, reinst. beschrieben wurde.

1. Prüfung auf Chlorid.

   20 ccm der Lösung von 1 g Kaliumhydroxyd in 100 ccm Wasser dürfen nach dem Ansäuern mit 2 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) auf Zusatz von einigen Tropfen Silbernitratlösung höchstens eine schwache Opaleszenz zeigen.

2. Prüfung auf Silikat.

   5 g Kaliumhydroxyd werden in einer Platinschale in 25 ccm Wasser und 25 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) gelöst. Die Lösung wird auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft, der Rückstand eine halbe Stunde bei ca. 120° getrocknet und sodann in 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 90 ccm Wasser gelöst. Ein etwa unlöslicher Rückstand wird abfiltriert und ausgewaschen; die Menge desselben darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.003 g betragen.

3. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

   5 g Kaliumhydroxyd sollen sich in 20 ccm Wasser klar und farblos lösen. Diese Lösung wird mit 25 ccm verdünnter Essigsäure (1.040 – 1.045), dann mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und nach dem Verdünnen mit 55 ccm Wasser auf dem Wasserbade erwärmt, bis der Geruch nach Ammoniak verschwunden ist. Nach Zusatz von einigen Tropfen Ammoniaklösung darf innerhalb 15 Stunden

---

*) Bei der Prüfung von Fetten auf unverseifbare Bestandteile empfiehlt es sich, Kaliumhydroxyd, rein in Tafeln zu verwenden, da Kaliumhydroxyd in Stangen zuweilen Paraffin anhaftet, welches von den Formen herrührt.

nur geringe Abscheidung erfolgen. Der Niederschlag wird abfiltriert und ausgewaschen; das Gewicht desselben darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.003 g betragen.

Je 50 ccm des Filtrates dürfen durch Ammoniumoxalatlösung nicht verändert werden und nach Zusatz von Schwefelammoniumlösung höchstens schwache Grünfärbung, keineswegs Braunfärbung oder Abscheidung eines Niederschlages zeigen.

4. Gehaltsbestimmung, sowie Bestimmung des Gehalts an Kaliumcarbonat.

Die Lösung von 1 g Kaliumhydroxyd in 100 ccm Wasser wird kalt unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Verschwinden der Rotfärbung sollen mindestens 14.5 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. Nun setzt man 1 Tropfen Methylorange zu und titriert weiter bis zum Farbenumschlag nach Rot. Bei dieser zweiten Titration dürfen höchstens 0.30 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden (4.15 % K_2CO_3)*).

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.05611 g Kaliumhydroxyd, log. 74904.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.0691 g Kaliumcarbonat, log. 83948.

3. Kaliumhydroxyd, gereinigt.

Weiße, sehr hygroskopische Stangen oder Stücke mit kristallinischem Bruch. Das Präparat enthält mindestens 80 % Kaliumhydroxyd.

1. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 2 g Kaliumhydroxyd und einem Körnchen Natriumchlorid in 10 ccm Wasser und 10 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) wird

*) Siehe Anmerkung bei Kaliumhydroxyd, reinst.

mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Färbung der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

2. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

2,5 g Kaliumhydroxyd sollen sich in 10 ccm Wasser klar und farblos lösen. Wird diese Lösung mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit 15 ccm verdünnter Essigsäure (1.040 – 1.042), dann mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt, so darf Abscheidung eines Niederschlages nicht eintreten. Diese Flüssigkeit darf sich nach Zusatz von Ammoniumoxalatlösung nicht sofort trüben und nach Zusatz von Schwefelammoniumlösung höchstens eine schwach grüne Färbung annehmen.

3. Gehaltsbestimmung, sowie Bestimmung des Gehaltes an Kaliumcarbonat.

Dieselben werden ausgeführt wie bei Kaliumhydroxyd, rein beschrieben wurde. Der Gehalt an Kaliumcarbonat soll 5% nicht übersteigen.

Kaliumjodat.
Jodsaures Kalium. Kalium jodicum.

KJO_3. Molekulargewicht 214.02.

Weißes, kristallinisches Pulver, welches sich in 13 Teilen kaltem und 5 Teilen siedendem Wasser löst. Die wässerige Lösung (1 : 20) soll klar sein und darf weder blaues noch rotes Lackmuspapier verändern. Das Präparat ist 100prozentig.

1. Prüfung auf freie Säure.

Die Lösung von 0.5 g Kaliumjodat in 20 ccm ausgekochtem Wasser wird mit einem Kriställchen von neutralem Kaliumjodid und einigen Tropfen

frisch bereiteter Stärkelösung versetzt; die Flüssigkeit darf sich innerhalb 30 Sekunden nicht blau färben.

2. Prüfung auf Jodid.

Wird die Lösung von 1 g Kaliumjodat in 20 ccm Wasser nach Zusatz von 3—5 Tropfen verdünnter Schwefelsäure mit Chloroform geschüttelt, so darf dasselbe keine violette Farbe annehmen.

3. Prüfung auf Chlorat.

Man löst 1 g Kaliumjodat in 100 ccm Wasser. 20 ccm dieser Lösung werden mit 20 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 10 ccm Silbernitratlösung (1 : 20) versetzt; nach tüchtigem Umschütteln wird filtriert. Wird das Filtrat nach Zusatz von 10 ccm chloridfreier Formaldehydlösung (35 %) einige Minuten gekocht, so darf weder Trübung noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

4. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1.5 g Kaliumjodat*) in 200 ccm Wasser; 20 ccm dieser Lösung werden mit 3 g Kaliumjodid und 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) versetzt. Nach dem Verdünnen der Flüssigkeit mit 100 ccm Wasser wird das ausgeschiedene Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.003567 g Kaliumjodat, log. 55230.

Kaliumjodid.
Jodkalium. Kalium jodatum.

K J. Molekulargewicht 166.02.

Weiße, würfelförmige, an der Luft nicht feucht werdende Kristalle. Kaliumjodid löst sich in etwa 0.75 Teilen

*) Das Salz ist über Schwefelsäure zu trocknen.

Wasser, in etwa 12 Teilen Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) und in 40 Teilen absolutem Alkohol.

1. Prüfung auf Kaliumcarbonat.

Wird zerriebenes Kaliumjodid auf feuchtes, rotes Lackmuspapier gebracht, so soll sich dasselbe nicht sofort violettblau färben.

Die Lösung von 0.5 g Kaliumjodid in 10 ccm Wasser darf durch 1 Tropfen Phenolphthaleïnlösung nicht rot gefärbt werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Kaliumjodid in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 2 ccm Salzsäure (1.124—1.126) durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Nitrat.

Erwärmt man 1 g Kaliumjodid mit 5 ccm Natronlauge und einer Mischung von je 0.5 g Zinkstaub und Eisenpulver, so darf sich Ammoniak nicht entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

4. Prüfung auf Jodat und Eisenoxydsalz.

Die mit ausgekochtem und wieder erkaltetem Wasser frisch bereitete Lösung (1 : 20) darf sich nach Zusatz von Stärkelösung und 2 oder 3 Tropfen verdünnter Schwefelsäure innerhalb 1 Minute nicht blau färben.

5. Prüfung auf Cyanid.

Wird die Lösung von 1 g Kaliumjodid in 20 ccm Wasser mit einem Körnchen Ferrosulfat, 1 Tropfen Eisenchloridlösung und 5 ccm Natronlauge (1.3) auf 50—60° erwärmt, so darf nach Zusatz von 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) Blaufärbung nicht eintreten.

6. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Kaliumjodid in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; auch nach Zusatz von Ammoniaklösung darf weder Grün- oder Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

7. Gehaltsbestimmung und Prüfung auf einen zu großen Gehalt an Kaliumchlorid*).

Die Lösung von 0.5 g Kaliumjodid in 25 ccm Wasser wird mit 35 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung versetzt und geschüttelt, bis sich der Niederschlag zusammengeballt hat. Nach Zusatz von 2 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 5 ccm einer kalt gesättigten Ferriammoniumsulfatlösung wird mit $^{1}/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung titriert. Bis zum Eintritt der bleibenden Rotfärbung sollen nicht weniger als 4.7 und nicht mehr als 4.9 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung verbraucht werden.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.016602 g Kaliumjodid, log. 22016.

Kaliumjodid, neutrales.
Kalium jodatum neutrale.

1. Prüfung auf neutrale Reaktion.

In einer Flasche mit Glasstöpsel wird die Lösung von 10 g neutralem Kaliumjodid in 50 ccm Wasser**) mit 30 ccm Äther überschichtet und mit 3 Tropfen Jodeosinlösung versetzt. Nach kräftigem Schütteln

*) Kaliumjodid enthält stets Kaliumchlorid; die Menge desselben beträgt, wenn das Präparat der angegebenen Prüfung entspricht, höchstens 0.5 %.

**) Sollte das Wasser gegen Jodeosin alkalisch reagieren, so ist dasselbe vor dem Versuch auf neutrale Reaktion einzustellen.

zeigt die wässerige Schicht eine blaßrote Färbung, welche nach Zusatz von 1 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure und erneutem Schütteln verschwinden soll.

2. Prüfung auf Nitrit.

Man versetzt in einer Flasche mit Glasstöpsel 100 ccm nitritfreies Wasser mit 1 ccm Stärkelösung und 1 ccm Phosphorsäure (25 %) und läßt diese Mischung nach Zugabe von 5 g Kaliumjodid, verschlossen und vor Licht geschützt, 24 Stunden lang stehen; es darf innerhalb dieser Zeit keine Blaufärbung auftreten.

Die übrigen Prüfungen werden ausgeführt wie auf Seite 180 beschrieben wurde.

Kaliummetabisulfit. Saures schwefligsaures Kalium. Kaliumpyrosulfit. Kalium metabisulfurosum.

$K_2 S_2 O_5$. Molekulargewicht 222.34.

Farblose Kristalle oder weißes, kristallinisches, nach schwefliger Säure riechendes Pulver, welches in Wasser leicht löslich ist. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Kaliummetabisulfit in 10 ccm Wasser wird mit 10 ccm Perhydrol (Wasserstoffsuperoxyd, 30 %) und Kaliumhydroxydlösung*) bis zur alkalischen Reaktion versetzt und auf dem Wasserbade eingedampt. Wird der Abdampfrückstand in 20 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit Salpetersäure angesäuert und mit Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens schwache Opaleszenz eintreten.

---

*) Kaliumhydroxyd reinst.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 2 g Kaliummetabisulfit in 10 ccm Wasser wird nach Zusatz von 20 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) auf dem Wasserbade eingedampft. Wird der Abdampfrückstand in 20 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit Schwefelwasserstoffwasser versetzt, so darf keine Veränderung eintreten; nach Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammoniumlösung darf Abscheidung eines Niederschlages nicht erfolgen.

3. Prüfung auf Arsen.

5 g Kaliummetabisulfit werden in kleinen Mengen in 25 ccm Salpetersäure (1.3) eingetragen. Nach beendetem Eintragen und Zusatz von 5 ccm Schwefelsäure (1.84) wird die Mischung auf dem Wasserbade so weit wie möglich eingedampft und sodann auf dem Sandbade bis zur beginnenden Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen erhitzt. Der Rückstand wird nach dem Erkalten in 50 ccm Wasser gelöst.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang und bringt die Lösung in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marshschen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

4. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Kaliummetabisulfit in 100 ccm ausgekochtem Wasser; von dieser Lösung läßt man aus einer Bürette unter beständigem Umschütteln in eine Mischung von 30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und 5 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) einfließen, bis vollständige Entfärbung eintritt.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0055585 g Kaliummetabisulfit, log. 74496.

30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.166755 g Kaliummetabisulfit, log. 22208 = a.

Verbrauchte ccm Kaliummetabisulfitlösung = b.

g Kaliummetabisulfit in 100 ccm = c.

$$\frac{a \times 10000}{b \times c} = \text{Prozentgehalt an Kaliummetabisulfit.}$$

Kaliumnitrat.
Kalisalpeter, Kalium nitricum cryst.

KNO_3. Molekulargewicht 101.11.

Farblose, durchsichtige, luftbeständige, prismatische Kristalle oder kristallinisches Pulver, in 4 Teilen kaltem und ca. 0.5 Teilen siedendem Wasser löslich, in Alkohol fast unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Kaliumnitrat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Chlorat und Perchlorat.

   Wird 1 g Kaliumnitrat schwach geglüht, der Glührückstand in 20 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit 1 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und Silbernitratlösung versetzt, so darf keine Veränderung eintreten.

3. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 3 g Kaliumnitrat in 60 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf Nitrit.

Die Lösung von 1 g Kaliumnitrat in 20 ccm Wasser wird mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110–1.114) und 1 ccm einer frisch bereiteten, farblosen Lösung von salzsaurem Metaphenylendiamin*) (0.5:100) versetzt; es darf keine gelbe oder gelbbraune Färbung eintreten.

5. Prüfung auf Kalk und Schwermetalle.

Die Lösung von 3 g Kaliumnitrat in 50 ccm Wasser darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch nach Zusatz von Ammoniaklösung durch Ammoniumoxalatlösung verändert werden; nach Zusatz von Schwefelammoniumlösung darf weder Grün- noch Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

6. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Kaliumnitrat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124–1.126) durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

7. Prüfung auf Jodat.

Die Lösung von 0.5 g Kaliumnitrat in 10 ccm Wasser wird mit 5 Tropfen verdünnter Schwefelsäure (1.110–1.114) und 5 Tropfen Jodzinkstärkelösung versetzt; es darf innerhalb 1 Minute keine Blaufärbung der Lösung auftreten.

Kaliumnitrit.
Salpetrigsaures Kalium. Kalium nitrosum.

KNO_2. Molekulargewicht 85.11.

Weiße oder schwach gelblich gefärbte, zähe, hygroskopische Stangen, welche sich in Wasser sehr leicht

---

*) Eine gefärbte Lösung von salzsaurem Metaphenylendiamin kann durch Erwärmen mit Tierkohle entfärbt werden.

lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch. Das Präparat enthält mindestens 90% Kaliumnitrit.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Kaliumnitrit in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und Silbernitratlösung höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

2. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Kaliumnitrit in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) durch Baryumnitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Kaliumnitrit und 1 g Ammoniumchlorid in 5 ccm Wasser wird auf dem Wasserbade zur Trockene verdampft und der Rückstand in 10 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammoniumlösung darf weder Grün- noch Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

4. Gehaltsbestimmung.

In eine Mischung von 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung, 300 ccm Wasser und 25 ccm verdünnte Schwefelsäure (1.110 – 1.114) läßt man unter fortwährendem Umschütteln 20 ccm einer Lösung von 1 g Kaliumnitrit in 100 ccm Wasser langsam einfließen. Nach 10 Minuten fügt man 3 g Kaliumjodid hinzu und titriert das freie Jod unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.0042555 g Kaliumnitrit, log. 62895.

Kaliumoxalat.

Neutrales Kaliumoxalat, Kalium oxalicum neutrale.

$C_2 O_4 K_2 + H_2 O$. Molekulargewicht 184.22.

Rhombische Säulen, welche sich in 3 Teilen Wasser lösen.

1. Prüfung auf neutrale Reaktion.

   Die Lösung von 10 g Kaliumoxalat in 100 ccm Wasser darf durch Phenolphthaleïnlösung nicht verändert werden; nach Zusatz von 0.1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge soll Rotfärbung eintreten.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Wird die Lösung von 1 g Kaliumoxalat in 25 ccm Wasser mit 10 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und 2 oder 3 Tropfen Silbernitratlösung versetzt, so darf dieselbe nach dem Umschütteln höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

3. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 5 g Kaliumoxalat in 200 ccm Wasser wird zum Sieden erhitzt und mit 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und Baryumchloridlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

   Die Lösung von 1 g Kaliumoxalat in 25 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf weder eine grüne oder braune Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

5. Gehaltsbestimmung.

   1 g Kaliumoxalat wird in 100 ccm Wasser gelöst; 25 ccm dieser Lösung werden nach Zusatz

von 6—8 ccm konzentrierter Schwefelsäure und Erwärmen auf etwa 60° mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.009211 g Kaliumoxalat, log. 96431.

Kaliumperchlorat.
Überchlorsaures Kalium.
Kalium perchlorium.

$KClO_4$. Molekulargewicht 138.56.

Farblose, rhombische Säulen, in ca. 65 Teilen kaltem oder 8 Teilen siedendem Wasser löslich, in Alkohol unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert neutral.

Kaliumperchlorat wird weder durch konzentrierte Schwefelsäure gefärbt, noch durch Salzsäure zersetzt (Unterschied von Kaliumchlorat).

1. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Kaliumperchlorat in 20 ccm heißem Wasser darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Kaliumperchlorat in 20 ccm heißem Wasser darf durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Nitrat.

   Werden 5 ccm Natronlauge (1.3) mit 1 g Kaliumperchlorat und einem Gemisch von je 0.5 g Zinkstaub und Eisenpulver erwärmt, so darf sich kein Ammoniak entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

4. Prüfung auf Kalk.

   Die Lösung von 1 g Kaliumperchlorat in 20 ccm heißem Wasser darf durch Ammoniumoxalatlösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Kaliumperchlorat in 20 ccm heißem Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf weder Grün- noch Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

6. Gehaltsbestimmung.

Eine Mischung von 1 g gepulvertem Kaliumperchlorat und 5 g gepulvertem, chloridfreiem Natriumnitrit wird in einem Nickeltiegel zum Schmelzen erhitzt und die geschmolzene Masse bei niedriger Temperatur etwa eine halbe Stunde lang im Fluß erhalten. Nach dem Erkalten wird die Schmelze in Wasser gelöst und die Lösung auf 500 ccm verdünnt; 100 ccm dieser Lösung werden nach Zusatz von 20 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung und 20 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) auf dem Wasserbade erwärmt, bis die roten Dämpfe verschwunden sind, und nach Zusatz von 5 ccm einer kalt gesättigten Ferriammoniumsulfatlösung mit $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.013856 g Kaliumperchlorat, log. 14163.

Kaliumpermanganat.
Übermangansaures Kalium.
Kalium permanganicum.

$KMnO_4$. Molekulargewicht 158.03.

Dunkelbraunviolette*), fast schwarze Kristalle mit schillerndem Glanze, welche in 16 Teilen kaltem und 3 Teilen siedendem Wasser löslich sind.

*) Beim längeren Lagern an der Luft nimmt die Oberfläche der Kristalle zunächst violette, dann blaue Farbtöne an.

Die vom Deutschen Arzneibuch V. verlangte Prüfung, nach welcher die wässerige Kaliumpermanganatlösung (1 : 1000) Lackmus-

1. Prüfung auf Sulfat und Chlorid.

Wird die Lösung von 0.5 g Kaliumpermanganat in 25 ccm Wasser mit 2 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) zum Sieden erhitzt und filtriert, so muß das Filtrat farblos sein und darf nach Zusatz von 2 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) weder durch Baryumnitrat-, noch durch Silbernitratlösung mehr als opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Nitrat.

1 g kristallisierte Oxalsäure wird in kleinen Mengen in eine auf 50 – 60° erhitzte Lösung von 0.5 g Kaliumpermanganat in 5 ccm Wasser eingetragen; die Flüssigkeit wird sodann zum Sieden erhitzt und filtriert. Wird eine Mischung von 2 ccm des klaren, farblosen Filtrats und 2 ccm Schwefelsäure (1.84) nach dem Erkalten mit 1 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet, so darf sich an der Berührungsfläche der beiden Flüssigkeiten keine gefärbte Zone bilden.

3. Prüfung auf Chlorat.

Man erhitzt 2 g Kaliumpermanganat in einem Platintiegel und trägt nach und nach kleine Stückchen von Paraffin ein, bis kein Verglimmen mehr stattfindet. Der erkaltete Glührückstand wird mit 20 ccm Wasser ausgelaugt, filtriert und das farblose Filtrat mit 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) versetzt. Auf Zusatz von Silbernitratlösung darf die Flüssigkeit höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Prüfung auf Arsen.

Man versetzt die Lösung von 1 g Kaliumpermanganat in 25 ccm Wasser mit 5 ccm Schwefel-

---

papier nicht verändern darf, ist nicht erfüllbar, da infolge der durch die Papiersubstanz bald eintretenden Reduktion des Kaliumpermanganats

$$2 KMnO_4 + H_2O = 2 MnO_2 + 2 KOH + 3 O$$

sich stets eine alkalische Reaktion bemerkbar macht.

säure (1.84), gibt langsam Perhydrol bis zur Entfärbung der Lösung zu und dampft zur Trockne ein. Den Rückstand löst man in 50 ccm Wasser.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang und bringt alsdann die Mangansulfatlösung in kleinen Portionen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

5. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1.5 g Kaliumpermanganat in 200 ccm Wasser; 20 ccm dieser Lösung werden mit 100 ccm Wasser verdünnt und nach Zusatz von 2 g Kaliumjodid und 20 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110 bis 1.114) mit $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.0031606 g Kaliumpermanganat, log. 49977.

Kaliumpermanganat, schwefelsäurefrei.

Das Präparat ist ca. 100prozentig.

Prüfung auf Sulfat.

Wird die Lösung von 3 g Kaliumpermanganat in 150 ccm Wasser mit 15 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) bis zur vollständigen Entfärbung erhitzt, filtriert und das Filtrat mit 2 ccm Salzsäure (1.124 bis 1.126) und Baryumchloridlösung versetzt, so darf innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgen.

Die übrigen Prüfungen und die Gehaltsbestimmung werden ausgeführt wie oben beschrieben wurde.

Kaliumpersulfat.
Kalium persulfuricum cryst.

$K_2 S_2 O_8$. Molekulargewicht 270.32.

Farblose Kristalle, die sich in 50 Teilen kaltem und in 4 Teilen siedendem Wasser lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

Das Präparat soll mindestens 95 % Kaliumpersulfat enthalten*).

1. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Kaliumpersulfat in 50 ccm Wasser darf nach Zusatz von 3—5 Tropfen Silbernitratlösung**) höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

   4 g Kaliumpersulfat werden in 50 ccm einer wässerigen Lösung von schwefliger Säure (1.029 bis 1.035) unter Erwärmen gelöst; die Lösung wird auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft und der Abdampfrückstand in 40 ccm Wasser gelöst.

   20 ccm dieser Lösung dürfen durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

   20 ccm der Lösung des Abdampfrückstandes dürfen durch Zusatz von Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion keine Veränderung erleiden; nach Zusatz von einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf höchstens Grünfärbung, keineswegs Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

3. Gehaltsbestimmung***).

   Man löst 1 g gepulvertes Kaliumpersulfat in einem Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt in einer Lösung

---

*) Kaliumpersulfat zersetzt sich allmählich unter Sauerstoffabgabe.

**) Fügt man mehr Silbernitratlösung hinzu, so wird die Chloridreaktion infolge Ausscheidung eines schwarzen Niederschlages verdeckt.

***) Nach E. Rupp, Arch. der Pharm. 238. Band, S. 157 (1900). $K_2 S_2 O_8 + 2KJ + 2H_2 SO_4 = 2J + 4KHSO_4$.

von 5 g Kaliumjodid in 50 ccm Wasser, fügt 10 ccm verdünnte Schwefelsäure (1.110—1.114) hinzu und läßt die Mischung mindestens 3 Stunden lang unter wiederholtem Umschütteln an einem vor Licht geschützten Orte stehen. Sodann füllt man mit Wasser bis zur Marke auf, mischt und titriert 50 ccm mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.013516 g Kaliumpersulfat, log. 13083.

Kaliumpyroantimoniat, saures*).
Kalium stibicum.

$K_2 H_2 Sb_2 O_7 + 4 H_2 O$. Molekulargewicht 504.68.

Körnig kristallinisches, weißes Pulver, welches sich in kaltem Wasser schwer, leichter in siedendem Wasser löst.

Prüfung.

Die wässerige Lösung von 1 g saurem pyroantimonsaurem Kalium in 100 ccm siedendem Wasser soll gegen Lackmuspapier neutral reagieren.

Werden 20 ccm der wässerigen Lösung (1:100) mit einer Lösung von 1 g Kaliumchlorid in 10 ccm Wasser versetzt, so darf innerhalb 15 Minuten keine Abscheidung eintreten.

Versetzt man 20 ccm der wässerigen Lösung (1:100) mit 2 oder 3 Tropfen Ammoniaklösung (0.96) und einer Lösung von 1 g Ammoniumchlorid in 10 ccm Wasser, so darf innerhalb 15 Minuten keine Abscheidung erfolgen**).

---

*) Saures Kaliumpyroantimoniat findet Verwendung zum Nachweis von Natriumsalzen. Das Reagenz wird am besten unmittelbar vor dem Gebrauch durch Auflösen von 1 g saurem pyroantimonsaurem Kalium in 100 ccm siedendem Wasser und Filtrieren der Lösung bereitet. Die auf Natrium zu prüfenden Lösungen müssen neutral oder schwach alkalisch sein.

**) Unterläßt man den vorgeschriebenen Zusatz von Ammoniaklösung, so erfolgt in wenigen Minuten reichliche, flockige Ausscheidung.

Kaliumrhodanid.
Kaliumsulfocyanat. Rhodankalium.
Kalium rhodanatum.

CNSK. Molekulargewicht 97.18.

Farblose, primatische Kristalle, die an der Luft zerfließen und in Wasser und Alkohol leicht löslich sind.

Die wässerige Lösung (1:20) reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

   1 g Kaliumsulfocyanat soll in 10 ccm siedendem, absolutem Alkohol vollständig und klar löslich sein.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Wird die Lösung von 1 g Kaliumsulfocyanat in 100 ccm Wasser nach Zusatz von 25 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) 3 Stunden lang auf dem siedenden Wasserbade erwärmt und sodann mit Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens schwache Opaleszenz eintreten.

3. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Kaliumsulfocyanat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure und Baryumchloridlösung innerhalb 5 Minuten keine Veränderung zeigen.

4. Prüfung auf Ammoniumsalz.

   Wird die Lösung von 3 g Kaliumsulfocyanat in 10 ccm Natronlauge (1.3) zum Sieden erhitzt, so darf kein Ammoniak entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

   Die Lösung von 1 g Kaliumsulfocyanat in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von einigen Tropfen

Schwefelammoniumlösung darf weder eine grüne oder braune Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

6. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Kaliumsulfocyanat in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 0.5 ccm Salzsäure (1.124–1.126) vollständig farblos bleiben.

7. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Kaliumsulfocyanat in 100 ccm Wasser; 20 ccm dieser Lösung versetzt man mit 5 ccm Salpetersäure (1.150–1.152) und 25 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung und titriert den Überschuß an Silbernitratlösung mit $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung und Ferriammonsulfatlösung als Indikator zurück.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.009718 g CNSK, log. 98758.

Kaliumstannosulfat.
Marignac'sches Salz. Kalium stanno-sulfuricum.

$K_2Sn(SO_4)_2$. Molekulargewicht 389.04.

Weiße Kristalle, welche sich in verdünnter Kali- oder Natronlauge und in Salzsäure lösen.

Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Kaliumstannosulfat in einer Lösung von 5 g Natriumbicarbonat und 5 g Kalium-Natriumtartrat in 100 ccm Wasser und titriert die Lösung mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.019452 g Kaliumstannosulfat, log. 28896.

Kaliumsulfat.
Kalium sulfuricum cryst.

$K_2 SO_4$. Molekulargewicht 174.27.

Weiße, harte Kristalle, welche in 10 Teilen kaltem und 4 Teilen siedendem Wasser löslich sind. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Nitrat.

   Die Lösung von 1 g Kaliumsulfat und einem Kriställchen Natriumchlorid in 10 ccm Wasser wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

2. Prüfung auf Ammoniumsalz.

   Die Lösung von 1 g Kaliumsulfat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von einigen Tropfen Neßlers Reagenz höchstens eine schwach gelbe Färbung annehmen.

3. Prüfung auf Schwermetalle, Chlorid, Kalk und Magnesia.

   Je 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) dürfen weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch durch Silbernitratlösung verändert werden; auch dürfen je 20 ccm nach Zusatz von 2—3 ccm Ammoniaklösung (0.96) weder durch Ammoniumoxalatlösung, noch durch Natriumphosphatlösung eine Veränderung erleiden.

4. Prüfung auf Eisen.

   Man versetzt die Lösung von 1 g Kaliumsulfat in 20 ccm Wasser mit einigen Tropfen Salpetersäure (1.150—1.152) und kocht auf; die erkaltete Lösung soll auf Zusatz von Kaliumrhodanidlösung farblos bleiben.

Kaliumsulfid.
Schwefelleber. Kalium sulfuratum pur.

Lederbraune oder gelbgrüne Bruchstücke, welche an feuchter Luft zerfließen und sich in 2 Teilen Wasser bis auf einen geringen Rückstand zu einer alkalisch reagierenden, gelbgrünen Flüssigkeit lösen. Die wässerige Lösung soll auf Zusatz von Essigsäure reichlich Schwefelwasserstoff entwickeln.

1. Prüfung auf Stickstoff.

Man bringt die Lösung von 5 g Kaliumsulfid in 100 ccm Wasser in einen Destillationskolben, fügt 2 g Devarda'sche Legierung und 50 ccm stickstoffreie Natronlauge (1.3) hinzu, und verbindet den Destillationskolben mit einem Kugelaufsatz, Kühler und einer Vorlage, welche 2—3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält. Nach 1 bis 2stündigem Stehen destilliert man ca. 50 ccm ab. Das Destillat wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Der Verbrauch an Kalilauge darf höchstens um 0.2 ccm geringer sein als die Menge der vorgelegten Säure.

2. Prüfung auf Mindest-Gehalt an Kaliumsulfid*).

Man trägt 1 g gepulvertes Kaliumsulfid in eine Lösung von 1 g Kupfersulfat ($CuSO_4 + 5H_2O$) in 50 ccm Wasser ein, läßt unter fortwährendem Umschwenken 10 ccm verdünnte Essigsäure (1.040 bis 1.042) zutropfen und filtriert. Das Filtrat darf, nachdem etwa vorhandener Schwefelwasserstoff durch Kochen entfernt wurde, auf Zusatz von Ammoniaklösung im Überschuß keine blaue Farbe annehmen. (Mindestgehalt von 44 % K_2S).

*) Diese Prüfung ist mit einer Durchschnittsprobe des Präparates auszuführen.

Kaliumsulfidlösung (5 % K_2S) für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl. Liquor Kalii sulfurati (5 % K_2S).

Prüfung auf Stickstoff.

Man bringt 100 ccm Kaliumsulfidlösung in einen Destillationskolben, fügt 2 g Devarda'sche Legierung und 50 ccm stickstoffreie Natronlauge (1.3) hinzu, und verbindet den Destillationskolben mit einem Kugelaufsatz, Kühler und einer Vorlage, welche 2–3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält. Nach 1–2 stündigem Stehen destilliert man ca. 50 ccm ab. Das Destillat wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Der Verbrauch an Kalilauge darf höchstens um 0.2 ccm geringer sein als die Menge der vorgelegten Säure.

Kaliumtetraoxalat. Übersaures Kaliumoxalat. Kalium tetraoxalicum.

$C_2O_4HK + C_2O_4H_2 + 2H_2O$. Molekulargewicht 254.16.

Farblose, trikline Kristalle, löslich in 55 Teilen kaltem und 3 Teilen siedendem Wasser. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Chlorid.

Wird die Lösung von 1 g Kaliumtetraoxalat in 25 ccm Wasser und 10 ccm Salpetersäure (1.150 bis 1.152) mit 2 oder 3 Tropfen Silbernitratlösung versetzt, so darf dieselbe nach dem Umschütteln höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

2. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 4 g Kaliumtetraoxalat in 200 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) wird

zum Sieden erhitzt und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Kaliumtetraoxalat in 25 ccm warmem Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf weder eine grüne oder braune Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

4. Gehaltsbestimmung.

1 g Kaliumtetraoxalat wird in 100 ccm Wasser gelöst.

a) Acidimetrisch: 50 ccm dieser Lösung werden zum Sieden erhitzt und heiß unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.016944 g Kaliumtetraoxalat, log. 22901.

b) Oxydimetrisch: 25 ccm der Lösung von 1 g in 100 ccm Wasser werden nach Zusatz von 6—8 ccm konzentrierter Schwefelsäure und Erwärmen auf etwa 60° mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.006354 g Kaliumtetraoxalat, log. 80305.

Kalium-Natrium-tartrat.
Seignettesalz. Kalium-Natrium tartaricum cryst.
Tartarus natronatus.

$C_4H_4O_6KNa + 4H_2O$. Molekulargewicht 282.20.

Farblose, durchsichtige Säulen, welche sich in 1.4 Teilen Wasser zu einer gegen Phenolphthaleïnlösung neutral reagierenden Flüssigkeit lösen.

1. Prüfung auf Chlorid und Sulfat.

Die Lösung von 1 g Kaliumnatriumtartrat in 10 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) weder durch Silbernitrat- noch durch Baryumnitratlösung verändert werden.

2. Prüfung auf Ammoniumsalz.

Wird die Lösung von 1 g Kaliumnatriumtartrat in 10 ccm Wasser mit 10 ccm Natronlauge (1.3) erwärmt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

3. Prüfung auf Kalk.

Wird die Lösung von 1 g Kaliumnatriumtartrat in 10 ccm Wasser mit 5 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042) einige Minuten geschüttelt, so scheidet sich ein weißer, kristallinischer Niederschlag aus; filtriert man von demselben ab und versetzt man das Filtrat nach dem Verdünnen mit dem gleichen Volumen Wasser mit 8—10 Tropfen Ammoniumoxalatlösung, so darf innerhalb 1 Minute keine Trübung eintreten.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Kaliumnatriumtartrat in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf weder eine grüne oder braune Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

5. Prüfung auf reduzierende Verunreinigungen.

Eine Mischung von 50 ccm Kupfersulfatlösung*) und 50 ccm alkalischer Seignettesalzlösung**) wird heiß in 400 ccm kochendes Wasser eingegossen;

---

*) Lösung von 3.5 g Kupfersulfat in 50 ccm Wasser.

**) Lösung von 17.5 g Kaliumnatriumtartrat und 5 g Ätznatron in 50 ccm Wasser.

nach 1/4 stündigem Kochen darf sich weder ein roter noch ein schwarzer Niederschlag abgeschieden haben. Auch darf die Lösung nicht grün gefärbt sein.

Kalium-Quecksilber-jodid.
Hydrargyrum Kalium jodatum.

$Hg J_2 \cdot 2KJ$. Molekulargewicht 786.48.

Schwefelgelbe, kristallinische, an feuchter Luft zerfließende Stücke.

Prüfung.

5 g Kalium-Quecksilber-jodid sollen sich in 10 ccm Wasser vollständig und klar lösen. Diese Lösung soll auch nach Zusatz von 80 ccm Wasser klar bleiben.

Kalkwasser.
Aqua Calcariae.

Klare, farblose Flüssigkeit von stark alkalischer Reaktion.

Bestimmung des Gehaltes an Calciumhydroxyd.

100 ccm Kalkwasser werden unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen nicht weniger als 4 und nicht mehr als 4.5 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.037043 g Calciumhydroxyd, log. 56871.

Kieselfluorwasserstoffsäure.
Acidum hydro-silicio-fluoricum.

H_2SiF_6. Molekulargewicht 144.32.

Wasserhelle Flüssigkeit, deren spezifisches Gewicht ca. 1.066 beträgt. Diesem spezifischen Gewicht entspricht ein Gehalt von ca. 8 % Kieselfluorwasserstoff.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   5 ccm Kieselfluorwasserstoffsäure werden in einer Platinschale verdampft; es darf kein wägbarer Rückstand bleiben.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

   5 ccm Kieselfluorwasserstoffsäure werden mit 10 ccm Wasser verdünnt und mit einigen Tropfen Salzsäure und 10 ccm Schwefelwasserstoffwasser versetzt; es darf keine Veränderung eintreten.

3. Prüfung auf Schwefelsäure.

   Werden 5 ccm Kieselfluorwasserstoffsäure mit 10 ccm Wasser verdünnt und mit einer Lösung von barytfreiem Strontiumnitrat versetzt, so darf auch nach 15stündigem Stehen keine Abscheidung erfolgt sein.

4. Gehaltsbestimmung*).

   10 g Kieselfluorwasserstoffsäure werden unter Anwendung von Methylorange mit Normal-Natronlauge titriert. Fügt man zu der gegenüber Methylorange neutralen Lösung 50 ccm Wasser, erhitzt zum Sieden und titriert nach Zusatz von Phenolphthaleïn mit Normal-Natronlauge weiter, so soll bis zum Eintritt der bleibenden Rotfärbung genau die

---

*) Siehe Chem.-Ztg. 1907, S. 1207

1) mit Methylorange:

$$H_2SiF_6 + 2\,NaOH = Na_2SiF_6 + 2\,H_2O$$

2) mit Phenolphthaleïn:

$$Na_2SiF_6 + 4\,NaOH = 6\,NaF + Si(OH)_4.$$

doppelte Menge Normal-Natronlauge verbraucht werden, als zur ersten Titration erforderlich war.

Die bei der zweiten Titration verbrauchten Kubikcentimeter Natronlauge dienen zur Berechnung des Gehaltes an Kieselfluorwasserstoffsäure.

1 ccm Normal-Natronlauge = 0.03608 g Kieselfluorwasserstoff, log. 55727.

Kupfer, auf elektrolytischem Wege hergestellt. Cuprum metallicum.

Cu. Atomgewicht 63.57.

1. Prüfung auf fremde Metalle*).

a) 10 g Kupfer werden in 60 ccm Salpetersäure (1.3) gelöst; die Lösung wird auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft. Der Abdampfrückstand soll sich in 50 ccm Wasser und 10 ccm Salpetersäure (1.3) vollständig und klar lösen. (Abwesenheit von Antimon und Zinn.) Man fügt zu der Lösung 15 ccm konzentrierte Schwefelsäure (1.84), dampft die Lösung neuerdings auf dem Wasserbade so weit wie möglich ein und erhitzt den Abdampfrückstand auf dem Sandbade bis zur beginnenden Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen. Der Rückstand soll sich in 100 ccm Wasser vollständig lösen. (Abwesenheit von Blei.) Wird die klare Lösung mit 5 ccm Salzsäure versetzt, so darf keine Trübung eintreten. (Abwesenheit von Silber.) Man versetzt nun die Flüssigkeit mit 150 ccm Ammoniaklösung (0.96), läßt sie 3–4 Stunden bei 50–60° stehen, filtriert und wäscht das Filter mit ammoniakhaltigem Wasser bis zum Verschwinden des Kupfers aus. Ein etwa vorhandener Niederschlag wird auf dem Filter in wenig Salzsäure

*) Das Kupfer, welches für diese Prüfung verwendet wird, ist vorher mit verdünnter Salzsäure zu waschen.

gelöst, das Filter mit Wasser ausgewaschen, die Lösung mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt und durch dasselbe Filter filtriert. Das Filter samt dem Niederschlag wird eingeäschert; der Glührückstand darf nicht mehr als 0.001 g betragen (Eisen, Wismut).

b) 10 g Kupfer werden in 60 ccm Salpetersäure (1.3) gelöst; man fügt zu der Lösung 15 ccm konzentrierte Schwefelsäure (1.84), dampft die Lösung auf dem Wasserbade so weit wie möglich ein und erhitzt den Abdampfrückstand auf dem Sandbade bis zur beginnenden Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen. Den Rückstand löst man in 300 ccm Wasser und leitet in die Lösung bei ca. 70 ° Schwefelwasserstoff ein bis zur vollständigen Ausfällung des Kupfers. Das Filtrat wird eingedampft, die Schwefelsäure auf dem Sandbade verjagt und der Abdampfrückstand geglüht. Das Gewicht des Glührückstandes darf nicht mehr als 0.002 g betragen.

2. Prüfung auf Arsen.

10 g Kupfer werden in 60 ccm Salpetersäure (1.3) gelöst; man fügt zu der Lösung 15 ccm konzentrierte Schwefelsäure (1.84), dampft die Lösung auf dem Wasserbade so weit wie möglich ein und erhitzt den Abdampfrückstand auf dem Sandbade bis zur beginnenden Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen. Den Rückstand löst man nach dem Erkalten in 100 ccm Wasser.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 50 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt alsdann die Kupfersulfatlösung in kleinen Portionen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

Kupfer-Ammonium-chlorid.
Cuprum Ammonium chloratum.

$CuCl_2 . 2(NH_4Cl) + 2H_2O$. Molekulargewicht 277,52.

Blaugrüne Kristalle, welche sich in 4 Teilen Wasser lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier schwach sauer.

1. Prüfung auf freie Säuren.

   Die Lösung von 30 g Kupferammoniumchlorid in 100 ccm Wasser sei vollkommen klar. Bringt man in dieselbe einige Stückchen Klavierdraht, so soll sich derselbe unter Abscheidung von Kupfer, jedoch ohne Gasentwicklung auflösen.

2. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Kupferammoniumchlorid in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure und Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden nicht getrübt werden.

3. Prüfung auf Salze der Alkalimetalle usw.

   Man leitet in die Lösung von 3 g Kupferammoniumchlorid in 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124–1.126) bei etwa 70° Schwefelwasserstoff ein, bis das Kupfer vollständig ausgefällt ist. Das Filtrat darf nach dem Eindampfen und Glühen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen.

4. Prüfung auf Eisen.

   Die Lösung von 5 g Kupferammoniumchlorid in 25 ccm Wasser wird mit 2 ccm Salpetersäure (1.3) versetzt und zum Sieden erhitzt. Sodann fügt man 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) hinzu, filtriert und wäscht das Filter mit ammoniakhaltigem Wasser bis zum Verschwinden des Kupfers aus. Ein etwa vorhandener Niederschlag wird auf dem Filter in wenig Salzsäure gelöst, das Filter mit Wasser aus-

gewaschen, die Lösung mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt und durch dasselbe Filter filtriert. Das Filter samt dem Niederschlag wird eingeäschert; der Glührückstand darf nicht mehr als 0.001 g betragen.

Kupferchlorid.
Cuprum chloratum (bichloratum).

$Cu\ Cl_2 + 2 H_2O$. Molekulargewicht 170.52.

Grüne, hygroskopische Kristalle, welche sich leicht in Wasser und Alkohol lösen.

1. Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

   Die Lösung von 5 g Kupferchlorid in 5 ccm Wasser darf durch Zusatz von 5 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) nicht getrübt werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Kupferchlorid in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure und Baryumchloridlösung innerhalb 5 Minuten nicht getrübt werden.

3. Prüfung auf Salze der Alkalimetalle.

   In eine Lösung von 3 g Kupferchlorid in 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) leitet man bei ca. 70° Schwefelwasserstoff ein, bis das Kupfer vollständig ausgefällt ist. Das Filtrat darf nach dem Eindampfen und Glühen nicht mehr als 0.002 g Rückstand hinterlassen.

4. Prüfung auf Eisen.

   Die Lösung von 5 g Kupferchlorid in 25 ccm Wasser wird mit 2 ccm Salpetersäure (1.3) versetzt und zum Sieden erhitzt. Sodann fügt man 35 ccm Ammoniaklösung (0.96) hinzu, filtriert und wäscht

das Filter mit ammoniakalischem Wasser bis zum Verschwinden des Kupfers aus. Ein etwa vorhandener Niederschlag wird auf dem Filter in wenig Salzsäure gelöst, das Filter mit Wasser ausgewaschen, die Lösung mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt und durch dasselbe Filter filtriert. Das Filter samt dem Niederschlag wird eingeäschert; der Glührückstand darf nicht mehr als 0.002 g betragen.

5. Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt sodann eine Lösung von 1 g Kupferchlorid in 20 ccm Wasser in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marshschen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

Kupferchlorür.
Cuprum chloratum album (monochloratum).

$Cu_2 Cl_2$. Molekulargewicht 198.06.

Weißes, kristallinisches Pulver, welches in Wasser unlöslich, in konzentrierter Salzsäure und in Ammoniaklösung hingegen löslich ist.

Die gute Beschaffenheit des Kupferchlorürs ergibt sich durch das Äußere. Das Präparat soll weiß, nicht grün*) oder braun sein. Sowohl die salzsaure wie die ammoniakalische Lösung muß rasch und reichlich Kohlenoxyd absorbieren.

*) Kupferchlorür färbt sich an der Luft rasch grün.

Prüfung auf Arsen.

Man dampft die Lösung von 5 g Kupferchlorür in 25 ccm Salpetersäure (1.3) nach Zusatz von 10 ccm Schwefelsäure (1.84) auf dem Wasserbade so weit wie möglich ein und erhitzt den Abdampfrückstand auf dem Sandbade bis zur Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen. Den Rückstand löst man nach dem Erkalten in 100 ccm Wasser.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt sodann die Kupfersulfatlösung in kleinen Portionen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

Kupferoxyd.
Cuprum oxydatum.

Cu O. Molekulargewicht 79.57.

Das Kupferoxyd wird in der Elementaranalyse in Form von feinem Pulver oder groben Körnern und ferner in Drahtform verwendet.

a) Kupferoxyd, Pulver.

Schwarzes Pulver.

1. Prüfung auf Nitrat und Kohlensäure.

   100 g Kupferoxyd sollen beim Erhitzen in einer Glasröhre und Überleiten von feuchter, kohlensäurefreier Luft keine Dämpfe entwickeln, welche Lackmuspapier röten oder Kalkwasser trüben.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Kupferoxyd in 10 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 10 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung nicht getrübt werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Kupferoxyd in 5 ccm Salzsäure (1.19) und 20 ccm Wasser darf durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf wasserlösliche Verunreinigungen (Alkalisalze usw.).

Man schüttelt 3 g Kupferoxyd mit 60 ccm Wasser einige Minuten lang und filtriert; das Filtrat darf gegen Lackmuspapier nicht alkalisch reagieren und nach dem Eindampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

5. Prüfung auf Kalk.

20 g Kupferoxyd werden in einem Gemisch von 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 95 ccm Wasser ca. 15 Minuten lang unter öfterem Umschütteln digeriert. Man filtriert, fällt im Filtrat das Kupfer durch Schwefelwasserstoff vollständig aus und filtriert nochmals. Das Filtrat wird auf dem Wasserbade bis auf ca. 20 ccm eingedampft und sodann mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt. Nach nochmaligem Filtrieren fügt man zum Filtrat Ammoniumoxalatlösung, worauf nicht sofort Trübung eintreten darf.

6. Prüfung auf durch Schwefelwasserstoff nicht fällbare Verunreinigungen (Eisen usw.) und metallisches Kupfer.

2 g Kupferoxyd werden in einer Mischung von 7.5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 90 ccm Wasser gelöst; der ungelöste Rückstand wird nach 3 Minuten abfiltriert und geglüht; der Glührückstand darf nicht mehr als 0.003 g betragen. In die Lösung leitet man bei ca. 70° Schwefelwasserstoff ein bis zur vollständigen Ausfällung des Kupfers, filtriert, verdampft das Filtrat auf dem Wasserbade und glüht den Abdampfrückstand. Das Gewicht des Glührückstandes darf nicht mehr als 0.005 g betragen.

b) Kupferoxyd, granuliert.

Grauschwarze Körner.

Die Prüfungen auf Nitrat, Carbonat und Kalk sind auszuführen wie bei Kupferoxyd, Pulver angegeben ist. Für die Prüfung auf Kalk ist das gekörnte Kupferoxyd zu pulvern.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die filtrierte Lösung von 1 g gekörntem Kupferoxyd in 5 ccm Salzsäure (1.19) und 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

2. Prüfung auf Chlorid.

1 g gekörntes Kupferoxyd wird gepulvert und mit 10 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 10 ccm Wasser einige Minuten lang geschüttelt; das Filtrat darf durch Silbernitratlösung nicht getrübt werden.

c) Kupferoxyd, Drahtform.

Kurze Drahtstücke.

Kupferoxydhydrat.
Cuprum oxydatum hydricum.

Hellblaue, breiige Masse, welche nach Faßbender's Vorschrift*) dargestellt wird.

Prüfung.

50 ccm Wasser werden mit 10 g des Breies geschüttelt und filtriert; das Filtrat soll neutral reagieren und darf durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

---

*) B. B. 1880, S. 1821 oder Z. f. analyt. Ch. 1881, S. 588 oder Merck's Reagenzienverzeichnis IV. Auflage, 1916, S. 400 (Stutzers Reagenz zur Trennung der Proteïne von anderen Stickstoffverbindungen).

Kupfersulfat.
Cuprum sulfuricum cryst.

$Cu SO_4 + 5H_2O$. Molekulargewicht 249.72.

Blaue, durchscheinende, an trockener Luft wenig verwitternde Kristalle, in 3.5 Teilen kaltem und 1 Teil siedendem Wasser löslich, in Alkohol fast unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Salze der Alkalimetalle usw.

   In eine Lösung von 3 g Kupfersulfat in 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) leitet man bei ca. 70° Schwefelwasserstoff ein, bis das Kupfer vollständig ausgefällt ist. Das Filtrat darf nach dem Eindampfen und Glühen nicht mehr als 0.001 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Eisen.

   Die Lösung von 5 g Kupfersulfat in 25 ccm Wasser wird mit 2 ccm Salpetersäure (1.3) versetzt und zum Sieden erhitzt. Sodann fügt man 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) hinzu, filtriert und wäscht das Filter mit ammoniakalischem Wasser bis zum Verschwinden des Kupfers aus. Ein etwa vorhandener Niederschlag wird auf dem Filter in wenig Salzsäure gelöst, das Filter mit Wasser ausgewaschen, die Lösung mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt und durch dasselbe Filter filtriert. Das Filter samt dem Niederschlag wird eingeäschert; der Glührückstand darf nicht mehr als 0.001 g betragen.

Lackmoid.
Resorcinblau. Lackmoid in lamellis.

Glänzende, dunkelviolette Lamellen, löslich in Alkohol, Aceton und Äther, wenig löslich in Wasser.

Der Indikator wird bereitet, indem man 0.5 g Lackmoid in 100 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) löst und die Lösung mit 100 ccm Wasser verdünnt.

Prüfung auf Empfindlichkeit.

100 ccm destilliertes Wasser, welches durch längeres Kochen in einer Platinschale vom Kohlendioxyd befreit wurde, werden mit 2 oder 3 Tropfen Lackmoidlösung versetzt. Die blaue Farbe des Wassers soll nach Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure in Rot umschlagen; nach weiterem Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge soll die blaue Farbe wiederkehren.

Anmerkung. Über die Verwendung des Lackmoids zur Titration von Alkaloiden siehe Kippenberger, Z. f. analyt. Ch. 1900, S. 214, und Meßner, Z. f. angew. Ch. 1903, S. 444.

Lackmus.

Aus verschiedenen Flechten bereiteter, besonders gereinigter Farbstoff, welcher hauptsächlich aus Erythrolithmin und Azolithmin besteht. Für die Herstellung von Lackmustinkturen sind eine große Zahl von Vorschriften angegeben worden, von denen mehrere in dem Buche: „Glaser, Indikatoren der Acidimetrie und Alkalimetrie“ beschrieben sind. Eine sehr empfindliche Lackmustinktur wird auf folgende Weise bereitet:

Man löst 1 g Lackmus in 100 ccm heißem Wasser und setzt tropfenweise so lange reine, verdünnte Schwefelsäure zu, bis die Flüssigkeit eine rote Farbe angenommen hat. Sodann kocht man etwa 10 Minuten lang, um die Kohlensäure vollständig auszutreiben. Sollte während des Kochens die rote Farbe in Blau übergehen, so stellt man durch Zusatz von verdünnter Schwefelsäure die rote Farbe wieder her. Nun versetzt man die Flüssigkeit tropfenweise mit Barytwasser bis zur Violettfärbung, läßt absitzen und filtriert. Man bewahrt die Lackmustinktur in nicht ganz gefüllten, nur mit einer losen Kappe oder einem Wattepfropf verschlossenen Flaschen auf.

Prüfung auf Empfindlichkeit.

100 ccm destilliertes Wasser, welches durch längeres Kochen in einer Platinschale vom Kohlendioxyd befreit wurde, werden mit 0.2 ccm Lackmustinktur versetzt. Die violette Farbe des Wassers muß auf Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure in Rot oder nach Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge in Blau umschlagen.

Magnesia-Mischung
zur Phosphorsäurebestimmung.

Eine Lösung von 110 g kristallisiertem Magnesiumchlorid und 140 g Ammoniumchlorid in 1300 g Wasser und 700 g Ammoniaklösung (0.96).

Magnesit.

$Mg\,CO_3$. Molekulargewicht 84.32.

Harte, erbsengroße Stücke, welche sich in Salzsäure bis auf einen kleinen Rückstand lösen.

Magnesit wird verwendet zur Kohlensäureentwicklung bei der Bestimmung des Stickstoffs in organischen Substanzen.

Prüfung.

1 g gepulverter und bei 100° getrockneter Magnesit soll beim Glühen bis zum konstanten Gewicht ungefähr 0.5 g an Gewicht verlieren.

1 g gepulverter Magnesit wird unter Erwärmen in 50 ccm Normal-Schwefelsäure gelöst; die Lösung wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Schwefelsäure = 0.04216 g Magnesit, log. 62490, oder 0.022 g Kohlendioxyd, log. 34242.

Magnesiumcarbonat (basisches). Magnesium carbonicum.

Weiße, leichte, lose zusammenhängende, leicht zerreibliche Massen oder weißes, lockeres Pulver. Basisches Magnesiumcarbonat ist in kohlensäurefreiem Wasser nur sehr wenig löslich; diese Lösung bläut Lackmuspapier schwach. In kohlensäurehaltigem Wasser und in wässerigen Ammoniumsalzlösungen ist es leichter löslich. Die Zusammensetzung des basischen Magnesiumcarbonats entspricht ungefähr der Formel: $4 MgCO_3 \cdot Mg(OH)_2 + 6 H_2O$. Molekulargewicht 503.71. Gehalt an Magnesium mindestens 24 Prozent.

1. Prüfung auf in Wasser lösliche Verunreinigungen.

   90 ccm Wasser werden mit 3 g gepulvertem, basischem Magnesiumcarbonat zum Sieden erhitzt und heiß filtriert; 60 ccm des Filtrats dürfen nicht mehr als 0.015 g Abdampfrückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf in Salzsäure unlösliche Verunreinigungen und auf Sulfat.

   1 g basisches Magnesiumcarbonat soll sich in 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 15 ccm Wasser vollständig und farblos lösen; diese Lösung darf durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g basischem Magnesiumcarbonat in 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 15 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Prüfung auf Baryt.

   Die Lösung von 1 g basischem Magnesiumcarbonat in 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 15 ccm Wasser darf durch verdünnte Schwefelsäure nicht getrübt werden.

5. Prüfung auf Kalk und Tonerde.

Die Lösung von 1 g basischem Magnesiumcarbonat in 20 ccm verdünnter Essigsäure (1.040 bis 1.042) und 30 ccm Wasser wird zum Sieden erhitzt und mit 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung versetzt; innerhalb 5 Minuten darf weder Trübung noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

6. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g basischem Magnesiumcarbonat in 20 ccm verdünnter Essigsäure (1.040 bis 1.042) und 30 ccm Wasser soll klar sein und darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

7. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 0.5 g basischem Magnesiumcarbonat in 2 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 20 ccm Wasser darf durch 0.5 ccm Kaliumferrocyanidlösung innerhalb einer Minute nicht gebläut werden.

8. Gehaltsbestimmung.

1 g basisches Magnesiumcarbonat soll beim Glühen mindestens 0.4 g Rückstand hinterlassen.

Die Lösung von 1 g basischem Magnesiumcarbonat in 25 ccm Normal-Salzsäure wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.01216 g Magnesium, log. 08493 oder 0.02016 g Magnesiumoxyd, log. 30449.

Magnesiumchlorid.
Magnesium chloratum.

$MgCl_2 + 6\,H_2O$. Molekulargewicht 203.34.

Weiße, zerfließliche Kristalle, in 0.6 Teilen kaltem oder 0.3 Teilen heißem Wasser und in 5 Teilen Alkohol

(ca. 85 Gew.-Proz.) löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

   2 g Magnesiumchlorid sollen sich in 10 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) vollständig und klar lösen.

2. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Magnesiumchlorid in 20 ccm Wasser darf durch Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Phosphat und Arseniat.

   Die Lösung von 3 g Magnesiumchlorid und 6 g Ammoniumchlorid in 24 ccm Wasser darf nach Zusatz von 12 ccm Ammoniaklösung (0.96) innerhalb 15 Stunden weder eine Trübung, noch einen Niederschlag zeigen.

4. Prüfung auf Ammoniumsalze.

   Werden 10 ccm Natronlauge (1.3) mit 3 g Magnesiumchlorid erwärmt, so darf kein Ammoniak entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

5. Prüfung auf Baryt.

   Die Lösung von 1 g Magnesiumchlorid in 20 ccm Wasser darf durch verdünnte Schwefelsäure nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Schwermetalle und Kalk.

   Die Lösung von 1 g Magnesiumchlorid in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

   Die mit 1 g Ammoniumchlorid versetzte Lösung von 1 g Magnesiumchlorid in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96)

weder durch Ammoniumoxalatlösung noch durch einige Tropfen Schwefelammoniumlösung verändert werden.

7. Gehaltsbestimmung.

Man versetzt 20 ccm einer wässerigen Lösung (2:200) mit 5 ccm Salpetersäure und 20 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung und titriert den Überschuß an $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung mit $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung unter Zusatz von Ferriammonsulfatlösung als Indikator zurück.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung=0.010167 g $MgCl_2 + 6H_2O$, log. 00719.

Magnesiumoxyd.
Gebrannte Magnesia. Magnesium oxydatum. Magnesia usta.

MgO. Molekulargewicht 40.32.

Weißes, leichtes, feines, in Wasser fast unlösliches Pulver.

Das Präparat enthält mindestens 88% Magnesiumoxyd.

1. Prüfung auf in Wasser lösliche Verunreinigungen.

90 ccm Wasser werden mit 3 g Magnesiumoxyd zum Sieden erhitzt und heiß filtriert. Das Filtrat darf Lackmuspapier nur schwach bläuen. 60 ccm des Filtrats dürfen nach dem Verdampfen nicht mehr als 0.015 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf in Salzsäure unlösliche Verunreinigungen und auf Sulfat.

1 g Magnesiumoxyd soll sich in 10 ccm Salzsäure (1.124–1.126) und 10 ccm Wasser vollständig und klar lösen; diese Lösung darf durch Baryumnitratlösung innerhalb 1 Minute nicht getrübt werden.

3. Prüfung auf Carbonat.

Eine Mischung von 0.5 g Magnesiumoxyd und 10 ccm Wasser wird erwärmt und in 10 ccm verdünnte Essigsäure (1.040 – 1.042) gegossen. Das Auflösen des Magnesiumoxyds soll ohne Aufbrausen erfolgen; es darf nur eine schwache Gasentwicklung wahrnehmbar sein.

4. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 0.5 g Magnesiumoxyd in 10 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und 10 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung nicht mehr als opalisierend getrübt werden.

5 Prüfung auf Stickstoff.

Man fügt zu der Lösung von 10 g Magnesiumoxyd in 100 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 50 ccm Wasser 2 g Devarda'sche Legierung und läßt die Mischung unter öfterem Umschwenken stehen, bis die Wasserstoffentwicklung aufgehört hat. Nach dem Erkalten wird die Flüssigkeit mit 100 ccm stickstoffreier Natronlauge (1.3) versetzt und destilliert, bis ungefähr 70 ccm übergegangen sind. Das Destillat wird in einer Vorlage aufgefangen, welche 2 – 3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält, und unter Anwendung von, Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Zur Neutralisation des Ammoniaks aus dem Magnesiumoxyd dürfen nicht mehr als 0.2 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure erforderlich sein.

6. Prüfung auf Baryt.

Die Lösung von 1 g Magnesiumoxyd in 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 10 ccm Wasser darf durch verdünnte Schwefelsäure nicht getrübt werden.

7. Prüfung auf Kalk.

Wird 1 g Magnesiumoxyd mit 20 ccm Wasser geschüttelt und das Filtrat mit Ammoniumoxalat-

lösung versetzt, so darf innerhalb 5 Minuten nicht mehr als opalisierende Trübung eintreten.

8. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Magnesiumoxyd in 20 ccm verdünnter Essigsäure (1.040 – 1.042) und 30 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

9. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 0.2 g Magnesiumoxyd in 2 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 8 ccm Wasser darf durch Zusatz von 0.5 ccm Kaliumferrocyanidlösung innerhalb 1 Minute nicht gebläut werden.

10. Gehaltsbestimmung.

Die Lösung von 0.5 g Magnesiumoxyd in 30 ccm Normal-Salzsäure wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.02016 g Magnesiumoxyd, log. 30.449.

Magnesiumoxyd, schwefelsäurefrei.

Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Magnesiumoxyd in 20 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 80 ccm Wasser wird einige Minuten lang gekocht und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

Die übrigen Prüfungen werden ausgeführt wie oben beschrieben wurde.

Magnesiumsulfat.
Magnesium sulfuricum.

$Mg\,SO_4 + 7\,H_2O$. Molekulargewicht 246.50.

Kleine, farblose, an der Luft kaum verwitternde, prismatische Kristalle, in 1 Teil kaltem und 0.3 Teilen

siedendem Wasser löslich, in Alkohol unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Magnesiumsulfat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Phosphat und Arseniat.

Die Lösung von 3 g Magnesiumsulfat und 6 g Ammoniumchlorid in 24 ccm Wasser darf nach Zusatz von 12 ccm Ammoniaklösung (0.96) innerhalb 15 Stunden weder eine Trübung noch einen Niederschlag zeigen.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Magnesiumsulfat in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Eisen.

Man erhitzt 20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) nach Zusatz von 1 ccm Salpetersäure zum Sieden; die erkaltete Lösung darf durch Kaliumrhodanidlösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Arsen.

Eine Mischung von 1 g zerriebenem Magnesiumsulfat und 3 ccm Zinnchlorürlösung darf im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.

Magnesium-Ammonium-chlorid.
Magnesium Ammonium chloratum.

(Zur Magnesiamischung für Phosphorsäurebestimmung.)

$Mg\,Cl_2 . (NH_4)\,Cl + 6\,H_2O$. Molekulargewicht 256.84.

Rhombische Kristalle oder weißes Kristallpulver, in Wasser leicht löslich.

1. Prüfung auf Sulfat, Schwermetalle, Kalk und Baryt.

Ist auszuführen wie bei Magnesiumchlorid beschrieben wurde.

2. Prüfung auf Phosphat und Arseniat.

Die Lösung von 5 g Magnesium-Ammoniumchlorid in 10 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) innerhalb 15 Stunden weder eine Trübung noch einen Niederschlag zeigen.

Manganchlorür.
Manganum chloratum.

$MnCl_2 + 4 H_2O$. Molekulargewicht 197.91.

Rosenrote, hygroskopische Kristalle, die in Wasser sehr leicht (etwa 1:1) löslich sind. Manganchlorür löst sich auch in Alkohol.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Manganchlorür in 10 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Chlor.

Die Lösung von 1 g Manganchlorür in 40 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110 – 1.114) durch Jodzinkstärkelösung innerhalb einer Minute nicht gebläut werden.

3. Prüfung auf Salze der Alkalien und des Magnesiums.

Fällt man aus einer Lösung von 3 g Manganchlorür in 50 ccm Wasser das Mangan mit Ammoniumcarbonatlösung (5 g Ammoniumcarbonat in 50 ccm Wasser) und filtriert, so darf das Filtrat nach dem Verdampfen und Glühen höchstens 0.001 g Rückstand hinterlassen.

4. Prüfung auf Kalk.

20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) dürfen nach Zusatz von 2 ccm Ammoniumoxalatlösung innerhalb einer Minute nicht getrübt werden*).

5. Prüfung auf Zink.

Die Lösung von 1 g Manganchlorür und 1 g Natriumacetat in 10 ccm Wasser wird nach Zusatz von einigen Tropfen Essigsäure mit Schwefelwasserstoffwasser versetzt; es darf kein weißer, in Salzsäure löslicher Niederschlag abgeschieden werden.

6. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Manganchlorür in 15 ccm Wasser wird nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124–1.126) und 3 ccm Chlorwasser zum Sieden erhitzt; wird dieselbe nach dem Erkalten mit Kaliumrhodanidlösung versetzt, so darf Rotfärbung nicht eintreten.

7. Prüfung auf fremde Metalle.

Die Lösung von 1 g Manganchlorür in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

8. Gehaltsbestimmung.

Man versetzt 20 ccm einer wässerigen Lösung (2.5:200) mit 5 ccm Salpetersäure (1.150–1.152) und 30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung und titriert den Überschuß an $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung mit $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung unter Zusatz von Ferriammonsulfatlösung als Indikator zurück.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.0098955 g $MnCl_2 + 4\,H_2O$, log. 99542.

---

*) Läßt man diese Mischung längere Zeit stehen, so scheidet sich Manganoxalat in nadelförmigen Kristallen aus.

Manganmetaphosphat, in Lösung.
Manganum metaphosphoricum solutum.

Das nach Vorschrift von L. Blum*) hergestellte Reagenz zum Nachweis von Albumin.

Die Flüssigkeit soll eine rosarote Farbe haben; ist die Lösung im Laufe der Zeit farblos geworden, dann ist sie zum Nachweis von Albumin nicht mehr brauchbar.

Mangansulfat.
Schwefelsaures Manganoxydul.
Manganum sulfuricum cryst.

$Mn\,SO_4 + 4H_2O$. Molekulargewicht 223.06.

Blaßrote, monokline Kristalle, welche in 0.8 Teilen Wasser löslich, in Alkohol unlöslich sind. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Mangansulfat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Kaliumpermanganat reduzierende Verunreinigungen.

   Die Lösung von 15 g Mangansulfat in 200 ccm Wasser wird mit 3 ccm Phosphorsäure (1.70), 3 ccm Schwefelsäure (1.84) und tropfenweise mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung versetzt; bis zur schwachen Rötung darf nicht mehr als 0.1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung verbraucht werden.

Die Prüfungen auf Salze der Alkalien und des Magnesiums, auf Zink, Kalk, Eisen und andere fremde Metalle werden ausgeführt, wie bei Manganchlorid beschrieben wurde.

---

*) Chem.-Ztg. 1887, Rep. S. 24.

Mangansulfatlösung nach Zimmermann-Reinhardt*).

Die Lösung wird auf folgende Weise bereitet:

Man löst 67 g Mangansulfat in 500 ccm Wasser, fügt zu dieser Lösung 138 ccm Phosphorsäure (1.7) und 130 ccm Schwefelsäure (1.84) und verdünnt diese Mischung nach dem Erkalten mit Wasser auf 1000 ccm.

Mangansuperoxyd. Braunstein. Pyrolusit. Manganum peroxydatum.

$Mn\,O_2$. Molekulargewicht 86.93.

Grauschwarze Stücke, löslich in kalter, konzentrierter Salzsäure unter Bildung von Mangantetrachlorid, welches beim Erwärmen in Manganchlorür und Chlor zerfällt. In heißer, konzentrierter Schwefelsäure löst sich Braunstein unter Entwicklung von Sauerstoff.

Gehaltsbestimmung**).

Man wägt 1.0866 g des feinst gepulverten und bis zur Gewichtskonstanz bei 100° getrockneten Braunsteins ab, bringt denselben in einen mit Bunsen'schem Kautschukventil oder mit einem Contat'schen Aufsatz versehenen Auflösungskolben, setzt 75 ccm (in 3 Pipettenfüllungen à 25 ccm) einer Lösung von 100 g reinem, kristallisiertem Ferrosulfat und 100 ccm konzentrierter, reiner Schwefelsäure in 1000 ccm Wasser hinzu, verschließt den Kolben mit dem Ventilstopfen und erhitzt so lange, bis der

---

*) Siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage 1921, Band II, S. 568.

**) Diese Methode ist für den Großhandel als maßgebend angenommen worden (Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VII. Auflage, Band 1, S. 972; 1921).

Braunstein sich bis auf einen nicht mehr dunkel gefärbten Rückstand zersetzt hat. Während des Erkaltens muß das Ventil gut schließen, was man am Zusammenklappen des Kautschukröhrchens sieht. Nach völligem Erkalten verdünnt man mit 200 ccm Wasser und titriert mit $^1/_2$ Normal-Kaliumpermanganatlösung*), bis die schwache Rosafarbe nicht mehr sofort verschwindet, sondern wenigstens eine halbe Minute lang bestehen bleibt (spätere Entfärbung wird nicht beachtet). Die jetzt gebrauchte Menge wird von der den 75 ccm Ferrosulfatlösung entsprechenden abgezogen; von dem Reste entspricht jeder Kubikzentimeter 0.02173 g (log. 33706) oder bei obiger Einwage 2 % Mangansuperoxyd.

Metadiamidobenzolhydrochlorid.
Meta-Phenylendiaminhydrochlorid.
Metadiamidobenzolum hydrochloricum.

$C_6H_4(NH_2)_2 . 2HCl$. Molekulargewicht 181.02.

Weißes oder schwach rötliches, in Wasser leicht lösliches, kristallinisches Pulver.

Meta-Phenylendiaminchlorhydrat wird als Reagenz in Lösung von 5:1000 angewendet. Sollte diese Lösung gefärbt sein, so ist sie durch Erwärmen mit ausgeglühter Tierkohle zu entfärben.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

   1 g Meta-Phenylendiaminhydrochlorid darf nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Gehaltsbestimmung.

   Die Lösung von 0.5 g Meta-Phenylendiaminhydrochlorid in 50 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.)

---

*) Der Wirkungswert der $^1/_2$ Normal-Kaliumpermanganatlösung gegenüber der Ferrosulfatlösung ist an demselben Tage zu ermitteln.

wird in einer Glasstöpselflasche unter Anwendung von Poirriersblau als Indikator mit 1/5 Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm 1/5 Normal-Kalilauge = 0.018102 g Meta-Phenylendiaminhydrochlorid, log. 25 773.

Metall-Legierung nach Devarda,
siehe
Devarda'sche Legierung.

Metaphosphorsäure*).
Acidum phosphoricum glaciale. (Meta.)

HPO_3. Molekulargewicht 80.05.

Farblose, durchsichtige, glasartige Stücke oder Stängelchen, welche an feuchter Luft zerfließen und beim Erwärmen zu einer klaren, zähen Flüssigkeit schmelzen. Metaphosphorsäure ist in Wasser sehr leicht löslich.

1. Prüfung auf Salpetersäure.

   Die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 2 ccm Wasser soll, mit 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure gemischt, nach dem Überschichten mit 1 ccm Ferrosulfatlösung keine gefärbte Zone zeigen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

   Die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und Baryumchloridlösung nicht sofort getrübt werden.

3. Prüfung auf Halogenwasserstoffsäuren.

   Die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure

---

*) Metaphosphorsäure enthält Natriumpyrophosphat; dieser Zusatz erfolgt, um den Stangen die gewünschte Härte zu geben.

(1.150–1.152) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Schwermetalle, Erden.
   a) Die wässerige Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 20 ccm Wasser soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.
   b) Wird die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 20 ccm Wasser mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt, so darf weder durch Ammoniumoxalatlösung noch durch Schwefelammoniumlösung Abscheidung eines Niederschlages erfolgen.
5. Prüfung auf Arsen.

   Die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 1 ccm Wasser soll nach Zusatz von 5 ccm Zinnchlorürlösung im Laufe einer Stunde eine dunklere Farbe nicht annehmen.
6. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Verunreinigungen.

   Die Lösung von 1 g Metaphosphorsäure in 10 ccm Wasser wird mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure und mit 0.1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung versetzt und 5 Minuten lang auf 100° erhitzt; die rote Farbe der Flüssigkeit darf nicht verschwinden.

Methylalkohol.
Alcohol methylicus.

$CH_3.OH$. Molekulargewicht 32.03.

Farblose, leicht bewegliche Flüssigkeit, mit Wasser, Alkohol und Äther in jedem Verhältnis mischbar. Methylalkohol hat das spezifische Gewicht 0.798 und siedet zwischen 65 und 66°. Blaues Lackmuspapier darf durch Methylalkohol nicht gerötet werden.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.
   30 ccm Methylalkohol dürfen, auf dem Wasserbade verdampft, keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.
2. Prüfung auf Aceton und Äthylalkohol.
   Man bringt in einen Mischzylinder 50 ccm 2 Normal-Natronlauge, 5 ccm Methylalkohol und schüttelt tüchtig um. Hierauf fügt man unter erneutem Schütteln 25 ccm 2 Normal-Jodlösung zu; es darf keine Trübung oder flockige Ausscheidung erfolgen, und der Geruch nach Jodoform soll nicht wahrnehmbar sein.
3. Prüfung auf empyreumatische Stoffe.
   1 ccm Methylalkohol soll sich in 10 ccm Wasser ohne Trübung lösen.
   Läßt man 5 ccm konzentrierte Schwefelsäure unter Abkühlung in 5 ccm Methylalkohol eintropfen, so darf sich die Mischung nicht oder nur schwach gelblich färben.
4. Prüfung auf Aldehyde.
   Werden 5 ccm Methylalkohol mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit 5 ccm Neßler's Reagens versetzt, so darf die Flüssigkeit innerhalb 5 Minuten höchstens eine geringe Opaleszenz zeigen.
5. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Substanzen.
   Versetzt man 10 ccm Methylalkohol mit einem Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung, so darf die rote Farbe der Flüssigkeit innerhalb 10 Minuten nicht verschwinden.
6. Prüfung auf Chloroform.
   Werden 10 ccm Methylalkohol mit 2 oder 3 Tropfen Anilin und 10 ccm alkoholischer Kalilauge (1:10) zum Sieden erhitzt, so darf Isonitrilgeruch nicht auftreten.

Anmerkung: Über die quantitative Bestimmung des Methylalkohols siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden VII. Auflage Band III, S. 841; über die Bestimmung von Aceton in Methylalkohol siehe ebenda S. 839.

Methylorange.
Natriumsalz der p-Dimethylamidoazo-benzol-p-sulfosäure.

$(CH_3)_2-N-C_6H_4-N=N-C_6H_4 \cdot SO_3Na$.

Molekulargewicht 327.2.

Orangegelbes, in Wasser leicht lösliches Pulver.

Als Indikator verwendet man eine Lösung von 0.1 g Methylorange in 100 ccm Wasser.

Prüfung auf Empfindlichkeit.

100 ccm destilliertes Wasser werden in einem Kolben aus Jenaer Glas mit einem Tropfen der Methylorangelösung (0.1:100) versetzt. Die hellgelbe Farbe des Wassers soll nach Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure in Rosarot umschlagen; nach weiterem Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge soll die ursprüngliche Farbe wiederkehren.

Methylparaphenylendiamin Di-, hydrochlorid

siehe

Dimethylparaphenylendiaminhydrochlorid.

Methylparaphenylendiamin Tetra-, hydrochlorid

siehe

Tetramethylparaphenylendiamin-hydrochlorid.

Methylrot.
p-Dimethylamino-azobenzol-o-carbonsäure.

$$C_6H_4 \begin{cases} N(CH_3)_2 \\ N{=}N-C_6H_4\cdot COOH \end{cases}$$

Molekulargewicht 269.14.

Glänzende, violette Kristalle, fast unlöslich in Wasser, löslich in Alkohol und Eisessig.

Als Indikator verwendet man eine Lösung von 0.2 g Methylrot in 100 ccm Alkohol.

Prüfung auf Empfindlichkeit.

100 ccm destilliertes Wasser, welches durch längeres Kochen in einer Platinschale von der Kohlensäure befreit wurde, werden mit 1 oder 2 Tropfen Methylrotlösung versetzt. Die gelblichrote Farbe des Wassers soll nach Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{100}$ Normal-Kalilauge in Gelb und nach weiterem Zusetzen von 0.1 ccm $^1/_{100}$ Normal-Salzsäure in Rosarot umschlagen.

Anmerkung. Über die Verwendung des Methylrots als Indikator siehe B. B. 1908, S. 3905, Zeitschrift des österreichischen Apotheker-Vereins 1910, S. 403; Archiv der Pharmacie, 1915 S. 366; 1917, S. 113 und Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VII. Auflage, Band I, S. 116.

Molybdänsäure-Anhydrid, reinst.
Molybdänsäure, reinst.
Acidum molybdaenicum puriss.

MoO_3. Molekulargewicht 144.00.

Schwach gelblich gefärbtes Pulver, welches öfter einen schwachen Stich ins Bläuliche zeigt, der von Spuren von Molybdänoxyd herrührt. Das Präparat ist ca. 100 prozentig.

1. Prüfung auf Salze der Alkalien.

Erhitzt man 1 g Molybdänsäure-Anhydrid in einem Reagenzglase, so beginnen bei Rotglut die der Glas-

wand anliegenden Partien zu schmelzen, während an der kälteren Oberfläche Kristallbildung von sublimiertem Anhydrid beobachtet wird. Ist das Molybdänsäure-Anhydrid durch Salze der Alkalien verunreinigt, so schmilzt das Ganze zu einer dunkelgefärbten Masse zusammen. In diesem Falle ist die Schmelztemperatur eine niedrigere.

2. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Wird 1 g Molybdänsäure-Anhydrid mit Natronlauge bis zum Sieden erhitzt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches durch feuchtes Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

3. Prüfung auf Löslichkeit in Ammoniaklösung und auf Schwermetalle.

2 g Molybdänsäure-Anhydrid sollen in 15 ccm Ammoniaklösung (0.96) bei gelindem Erwärmen vollständig und klar löslich sein. Diese Lösung färbt sich nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser schwach gelb; sie soll dann innerhalb 10 Minuten die Farbe nicht mehr ändern und keinen Niederschlag abscheiden.

4. Prüfung auf Phosphorsäure.

10 g Molybdänsäure-Anhydrid werden in 25 ccm Ammoniaklösung (0.96) gelöst. Man läßt diese Lösung in 150 ccm Salpetersäure (1.150-1.152) unter Umschütteln einfließen; nach 15 stündigem Stehen bei ca. 40° darf Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht erfolgt sein.

5. Prüfung auf Salpetersäure.

1 g Molybdänsäure-Anhydrid wird mit 10 ccm Wasser geschüttelt. Nach Zusatz von einem Kriställchen Natriumchlorid und einem Tropfen Indigolösung (1:1000) versetzt man die Flüssigkeit mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure. Die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

6. Gehaltsbestimmung.

0.5 g Molybdänsäure-Anhydrid werden in 50 ccm Wasser, dem man 3 ccm Ammoniaklösung (0.96) zugefügt hat, unter gelindem Erwärmen gelöst. Diese Lösung säuert man mit 5 ccm Essigsäure (1.040-1.042) an, verdünnt sie mit 200 ccm Wasser, erhitzt zum Sieden, fügt sodann eine Lösung von 1.5 g kristallisiertem Bleiacetat in 20 ccm Wasser zu und kocht einige Minuten unter fortwährendem Rühren, wobei der Niederschlag eine körnige Beschaffenheit erlangt und gut filtrierbar wird. Man filtriert den Niederschlag auf einem vorher bei 100° getrockneten und gewogenen Filter ab und wäscht ihn mit siedendem Wasser so lange aus, bis das Waschwasser, mit Schwefelwasserstoffwasser geprüft, keine Reaktion mehr zeigt. Man trocknet den Niederschlag bei 100° bis zum konstanten Gewicht und glüht sodann einen Teil davon. Der Glührückstand hat die Zusammensetzung $Pb\,Mo\,O_4$.

Faktor: $\left(\frac{Mo\,O_3}{Pb\,Mo\,O_4}\right)$ 0.39247 (log. 59380).

Molybdänsäure, rein,
Acidum molybdaenicum pur.

Weißes oder schwach gelblich gefärbtes Pulver welches etwa 85 % Molybdänsäure-Anhydrid enthält.

1. Prüfung auf Löslichkeit in Ammoniaklösung und auf Schwermetalle.

   2 g Molybdänsäure sollen in 15 ccm Ammoniaklösung (0.96) vollständig und klar löslich sein. Nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser nimmt die Flüssigkeit eine grünlichgelbe Farbe an. Braunfärbung oder Fällung soll jedoch nicht eintreten.

2. Prüfung auf Phosphorsäure und
3. Gehaltsbestimmung

   werden ausgeführt wie bei Molybdänsäure-Anhydrid reinst angegeben ist.

Molybdänsäurelösung nach Fresenius. Acidum molybdaenicum solutum.

150 g molybdänsaures Ammonium werden unter Erwärmen in 1 Liter Wasser gelöst. Diese Lösung wird unter Umschwenken allmählich zu 1 Liter Salpetersäure (1.20) gegeben.

α Naphthol.

$C_{10}H_7 . OH$. Molekulargewicht 144.06.

Farblose, glänzende, phenolartig riechende Nadeln, welche bei 97° schmelzen. α Naphthol löst sich schwer in kaltem, leichter in warmem Wasser, leicht in Alkohol, Äther, Benzol und Chloroform.

1. Prüfung auf organische Säuren.

   Schüttelt man 1 g α Naphthol mit 100 ccm Wasser, so darf das Filtrat blaues Lackmuspapier nicht röten.

2. Prüfung auf organische Verunreinigungen, welche in Natronlauge unlöslich sind.

   1 g α Naphthol soll sich in einer Mischung von 5 ccm Natronlauge (1.168—1.172) und 5 ccm Wasser vollständig und klar lösen.

3. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

   1 g α Naphthol darf nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

α Naphthylamin.

$C_{10}H_7 . NH_2$. Molekulargewicht 143.08.

Weißes*), kristallinisches Pulver, fast unlöslich in Wasser, leicht löslich in Alkohol und Äther. Schmelzpunkt 50°.

*) α Naphthylamin färbt sich an der Luft rasch rötlich.

Prüfung.

0.5 g α Naphthylamin sollen sich in 25 ccm verdünnter Essigsäure (1.040 – 1.042) klar und farblos lösen.

1 g α Naphthylamin soll sich beim Erhitzen verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

1.4 Naphthylaminsulfosäure. Naphthionsäure. Acidum naphthylamin-sulfonicum (α).

$$2\,C_{10}H_6\overset{I}{(NH_2)}\overset{IV}{(SO_3H)} + H_2O.$$ Molekulargewicht 464.31.

Weißes Pulver oder kleine, glänzende, farblose Nadeln (aus heißem Wasser kristallisiert), die beim Erhitzen verkohlen, ohne zu schmelzen. Naphthionsäure ist in ca. 4000 Teilen kaltem Wasser löslich, leichter in heißem Wasser, kaum löslich in Alkohol und fast unlöslich in Äther. Die Lösung der Naphthionsäure in Ammoniaklösung zeigt violette Fluoreszenz.

Anmerkung. Über die Verwendung der Naphthionsäure zum Nachweis und zur kolorimetrischen Bestimmung kleiner Mengen von salpetriger Säure siehe E. Riegler, Zeitsch. f. analyt. Ch. 1896, S. 677 und 1897, S. 306; oder Merck's Reag.-Verz. IV. Aufl., S. 342, 1916

Natrium.
Natrium metallicum.

Na. Atomgewicht 23.00.

Auf frischer Schnittfläche silberweißes, glänzendes Metall, welches an der Luft bald matt wird und sodann Krusten von Natriumoxyd bzw. Natriumhydroxyd und Natriumcarbonat bildet. Natrium ist bei gewöhnlicher Temperatur wachsweich, bei niederer Temperatur wird es spröde.

Prüfung auf Stickstoffverbindungen und auf fremde Metalle.

a) 1 g Natrium wird vom anhaftenden Petroleum durch Abwischen mit Filtrierpapier befreit und, in kleine Stückchen zerschnitten, auf 20 ccm kaltes Wasser geworfen. Die erhaltene Lösung von Natriumhydroxyd darf beim Erwärmen nicht nach Ammoniak riechen und durch Schwefelammoniumlösung nicht verändert werden.

b) Die aus 1 g Natriummetall und 20 ccm Wasser bereitete Lauge darf nach Zusatz von 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) durch Schwefelwasserstoffwasser keine Veränderung erleiden.

Natrium-Amalgam (2% Na).

Graue, etwa erbsengroße Stücke, welche 2% metallisches Natrium enthalten.

Bestimmung des Gehaltes an Natrium.

Man trägt 10 g Natriumamalgam in 100 ccm Wasser ein und läßt die Mischung unter öfterem Umschütteln so lange stehen, bis keine Wasserstoffentwicklung mehr stattfindet. Nunmehr titriert man unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.0230 g Natrium.

Natriumacetat.
Natrium aceticum cryst.

$CH_3 . COONa + 3 H_2O$. Molekulargewicht 136.07.

Farblose, durchsichtige, in warmer Luft verwitternde Kristalle, welche sich in ungefähr 1 Teil Wasser oder in 29 Teilen kaltem und in 1 Teil siedendem Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) lösen.

Die Lösung von 1 g Natriumacetat in 1 ccm Wasser reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch; sie darf jedoch durch Phenolphthaleïnlösung nicht oder nur sehr schwach gerötet werden. Eingetretene Rotfärbung soll auf Zusatz von 1 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure verschwinden.

1. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Natriumacetat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) dürfen durch Baryumchloridlösung nicht getrübt werden.

3. Prüfung auf Schwermetalle und Kalk.

   20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) dürfen weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch durch Ammoniumoxalatlösung verändert werden.

4. Prüfung auf Eisenoxydsalz.

   Die Lösung von 1 g Natriumacetat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

5. Prüfung auf Ameisensäure.

   Man erhitzt 20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) mit 2 ccm Quecksilberchloridlösung zum Sieden; es darf kein weißer Niederschlag von Quecksilberchlorür entstehen.

6. Prüfung auf Tonerde.

   Man kocht eine Lösung von 1 g Natriumacetat in 20 ccm Wasser nach Zusatz von 2 ccm Ammoniaklösung (0.96) bis zum Verschwinden des Ammoniakgeruches und gibt alsdann nochmals 1 ccm Ammoniaklösung zu; innerhalb 12 Stunden darf eine flockige Abscheidung nicht erfolgen.

Natriumbicarbonat.
Natrium bicarbonicum.

$NaHCO_3$. Molekulargewicht 84.01.

Weiße Kristallkrusten oder kristallinisches Pulver, in 12 Teilen Wasser löslich, in absolutem Alkohol unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier schwach alkalisch.

1. Prüfung auf Sulfat.

Wird die Lösung von 2 g Natriumbicarbonat in 30 ccm Wasser mit 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) versetzt und zum Sieden erhitzt, so darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung und 15stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

2. Prüfung auf Thiosulfat und Chlorid.

Die Lösung von 1 g Natriumbicarbonat in 47 ccm Wasser und 3 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) soll klar sein und darf nach Zusatz von Silbernitratlösung innerhalb 10 Minuten höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

3. Prüfung auf Phosphat.

Die Lösung von 2 g Natriumbicarbonat in 20 ccm Wasser und 20 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) wird mit 10 ccm Ammoniummolybdatlösung versetzt; beim Erwärmen auf 30—40° darf innerhalb 2 Stunden Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht eintreten.

4. Prüfung auf Silikat.

5 g Natriumbicarbonat werden in einer Platinschale in 15 ccm Wasser und 25 ccm Salzsäure (1.124—1.126) gelöst. Die Lösung wird auf dem Wasserbade eingedampft, der Abdampfrückstand eine halbe Stunde bei 120° getrocknet und sodann in 3 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 25 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung soll vollständig klar sein.

5. Prüfung auf Rhodanid.

Die Lösung von 1 g Natriumbicarbonat in 3 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 47 ccm Wasser darf durch einen Tropfen Eisenchloridlösung nicht rötlich gefärbt werden.

6. Prüfung auf Kaliumsalz.

Durch ein Kobaltglas betrachtet, darf die durch Natriumbicarbonat gelb gefärbte Flamme nicht oder doch nur vorübergehend rot gefärbt erscheinen.

7. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Man versetzt die wässerige Lösung (1:20) mit 10 ccm Normal-Salzsäure; diese Lösung darf durch Neßlers Reagenz nicht verändert werden.

8. Prüfung auf Schwermetalle.

a) Die Lösung von 3 g Natriumbicarbonat in 40 ccm Wasser und 8 ccm Salzsäure (1.124—1.126) darf auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser keine Veränderung erleiden; versetzt man die Flüssigkeit mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung, so darf weder Fällung, noch Grün- oder Braunfärbung eintreten.

b) Die Lösung von 1 g Natriumbicarbonat in 15 ccm Wasser und 2 ccm Salzsäure (1.124—1.126) darf durch Kaliumrhodanidlösung höchstens schwach rötlich gefärbt werden.

9. Prüfung auf Monocarbonat (sekundäres Natriumcarbonat).

a) Die bei einer 15° nicht übersteigenden Temperatur und unter Vermeidung von starkem Schütteln hergestellte Lösung von 1 g Natriumbicarbonat in 20 ccm Wasser darf auf Zusatz von 3 Tropfen Phenolphthaleïnlösung höchstens schwach gerötet werden.

b) 1 g des über Schwefelsäure getrockneten Natriumbicarbonats darf beim Glühen nicht mehr als 0.638 g Rückstand hinterlassen.

10. Gehaltsbestimmung.

Wird 1 g Natriumbicarbonat unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert, so sollen dazu 11.9 ccm erforderlich sein.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.08401 g Natriumbicarbonat, log. 92433.

Natriumbisulfat.
Natrium bisulfuricum cryst.
Saures schwefelsaures Natrium.

$NaHSO_4 + H_2O$. Molekulargewicht 138.09.

Farblose Kristalle, welche sich in Wasser leicht lösen; die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier stark sauer.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die wässerige Lösung (1:20) darf nach Zusatz von Silbernitratlösung höchstens schwache Opaleszenz zeigen.

2. Prüfung auf Kaliumsalz.

Durch ein Kobaltglas betrachtet, darf die durch Natriumbisulfat gelb gefärbte Flamme nur vorübergehend rot gefärbt erscheinen.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Natriumbisulfat in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; versetzt man die Flüssigkeit mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung, so darf weder Fällung, noch Grün- oder Braunfärbung eintreten.

4. Prüfung auf Arsen.

Die Mischung von 1 g zerriebenem Natriumbisulfat mit 3 ccm Zinnchlorürlösung darf im Laufe einer Stunde keine dunklere Färbung annehmen.

5. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Natriumbisulfat in 50 ccm Wasser und titriert die Lösung unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.13809 g Natriumbisulfat, log. 14016.

Natriumbisulfit
siehe
Natriummetabisulfit.

Natriumbromat.
Bromsaures Natrium. Natrium bromicum.

$NaBrO_3$. Molekulargewicht 150.92.

Glänzende Kristalle oder kristallinisches Pulver, löslich in 3 Teilen kaltem und etwa 1.5 Teilen siedendem Wasser.

1. Prüfung auf Natriumbromid.

Die Lösung von 2 g Natriumbromat in 20 ccm Wasser darf auf Zusatz von verdünnter Schwefelsäure (1.110 – 1.114) sich nicht sofort gelb färben.

2. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1.25 g Natriumbromat in 200 ccm Wasser; zu 20 ccm dieser Lösung fügt man zuerst 3 g Kaliumjodid und dann 5 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) hinzu und titriert das ausgeschiedene Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.0025153 g Natriumbromat, log. 40059.

Natriumcarbonat.
Soda. Natrium carbonicum.

1. Natriumcarbonat, kristallisiertes.

$Na_2CO_3 + 10 H_2O$. Molekulargewicht 286.16.

Farblose, durchscheinende, an der Luft verwitternde Kristalle, welche in 1.6 Teilen kaltem und 0.2 Teilen siedendem Wasser löslich sind. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier stark alkalisch. Natriumcarbonat ist in absolutem Alkohol unlöslich. 100 Teile kristallisiertes Natriumcarbonat enthalten 37 Teile wasserfreies Salz.

1. Prüfung auf in Wasser unlösliche Verunreinigungen.

   20 g Natriumcarbonat sollen sich in 80 ccm Wasser klar und farblos lösen.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 5 g Natriumcarbonat in 50 ccm Wasser und 10 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

   Wird die Lösung von 10 g Natriumcarbonat in 50 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) einige Minuten lang gekocht und sodann mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf nach 15stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

4. Prüfung auf Nitrat.

   Man löst 1 g Natriumcarbonat in 10 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110 – 1.114) und schichtet diese Flüssigkeit auf 5 ccm einer Lösung von 0.5 g Diphenylamin in 100 ccm konzentrierter Schwefelsäure und 20 ccm Wasser. An der Berührungsfläche der beiden Schichten darf keine Blaufärbung eintreten.

5. Prüfung auf Phosphat.

Die Lösung von 20 g Natriumcarbonat in 50 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) wird mit 50 ccm einer salpetersauren Lösung von molybdänsaurem Ammonium versetzt. Diese Flüssigkeit darf nach 2 – 3 stündigem Stehen bei ca. 40° keine gelbe Abscheidung zeigen.

6. Prüfung auf Silikat.

Man löst 20 g Natriumcarbonat in einer Platinschale in 30 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und dampft die Lösung auf dem Wasserbade zur Trockene ein. Der Abdampfrückstand wird eine halbe Stunde bei 120° getrocknet und sodann in 3 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) und 50 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung soll vollständig klar sein.

7. Prüfung auf Natriumhydroxyd.

In einem Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt löst man 3 g Natriumcarbonat in 50 ccm Wasser, versetzt die Flüssigkeit mit einer Lösung von 6 g kristallisiertem Baryumchlorid in 30 ccm Wasser und füllt mit Wasser bis zur Marke auf. Nach tüchtigem Umschütteln filtriert man und versetzt 50 ccm des Filtrats mit Phenolphthaleïnlösung. Die Flüssigkeit darf keine rote Farbe annehmen.

8. Prüfung auf Kaliumsalz.

Durch ein Cobaltglas betrachtet, soll die durch Natriumcarbonat gelb gefärbte Flamme nicht oder doch nur vorübergehend rot gefärbt erscheinen.

9. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Versetzt man die Lösung von 10 g Natriumcarbonat in 50 ccm Wasser mit 1 ccm Neßlers Reagenz, so darf keine Veränderung eintreten.

10. Prüfung auf Kalk und Magnesia.

Wird die Lösung von 10 g Natriumcarbonat in 10 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126)

mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung versetzt, so darf innerhalb 15 Stunden eine Trübung nicht eintreten; nach Zusatz von Ammoniumphosphatlösung darf keine Abscheidung erfolgen.

11. Prüfung auf Schwermetalle.

a) Die Lösung von 20 g Natriumcarbonat in 50 ccm Wasser und 20 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; versetzt man sodann die Flüssigkeit mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung, so darf weder eine grüne Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

b) Die Lösung von 10 g Natriumcarbonat in 25 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) darf durch Kaliumrhodanidlösung nicht rot gefärbt werden.

12. Prüfung auf Sulfid, Sulfit und Thiosulfat.

Wird 1 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) in 10 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung gegossen, so soll ein gelblichweißer Niederschlag entstehen, welcher beim Erwärmen auf 60 – 70^0 nicht dunkler (grau, bräunlich bis schwarz) gefärbt wird.

13. Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh-schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang und bringt sodann eine Lösung von 30 g Natriumcarbonat in 100 ccm verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

14. Gehaltsbestimmung.

Die Lösung von 3 g Natriumcarbonat in 50 ccm Wasser wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.14308 g $Na_2CO_3 + 10 H_2O$, log. 15558.

2. Natriumcarbonat, wasserfreies.

Na_2CO_3. Molekulargewicht 106.0.

Weißes Pulver, welches 99—100prozentig ist*).

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie beim kristallisierten Natriumcarbonat beschrieben wurde, jedoch ist für je 1 g kristallisiertes Natriumcarbonat 0.35 g wasserfreies Natriumcarbonat zu verwenden.

Gehaltsbestimmung.

Die Lösung von 1 g Natriumcarbonat in 50 ccm Wasser wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 18.7 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.0530 g Na_2CO_3, log. 72428.

Natriumchlorid.
Natrium chloratum.

NaCl. Molekulargewicht 58.46.

1. Natriumchlorid, kristallisiert.

Weiße, würfelförmige Kristalle oder kristallinisches Pulver, löslich in 2.9 Teilen Wasser. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

---

*) Natriumcarbonat, welches als Urmaß für maßanalytische Untersuchungen verwendet werden soll, soll 30 Minuten im Sand- oder Luftbade auf 270—300° erhitzt werden. (Siehe Lunge, Z. f. angew. Ch. 1904, S. 231.)

1. Prüfung auf Sulfat.

3 g Natriumchlorid sollen sich in 20 ccm Wasser klar lösen; wird diese Lösung mit 80 ccm Wasser verdünnt, mit 1 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) versetzt und zum Sieden erhitzt, so darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung und nach 15stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

2. Prüfung auf Jodid.

Werden 20 ccm der wässerigen Lösung (1 : 20) mit 1 Tropfen Eisenchloridlösung und hierauf mit Stärkelösung versetzt, so darf Blaufärbung nicht eintreten.

3. Prüfung auf Kaliumsalze.

Versetzt man die Lösung von 1 g Natriumchlorid in 10 ccm Wasser mit 5 ccm Cobaltinatriumnitritlösung, so darf innerhalb 15 Stunden Abscheidung eines gelben Niederschlags nicht eintreten.

4. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Die Lösung von 3 g Natriumchlorid in 20 ccm Wasser darf durch Neßlers Reagenz nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Magnesia.

Die Lösung von 3 g Natriumchlorid in 10 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumphosphatlösung nach 3stündigem Stehen keine Ausscheidung zeigen.

6. Prüfung auf alkalische Erden und Schwermetalle.

Die zum Sieden erhitzte Lösung von 3 g Natriumchlorid in 50 ccm Wasser darf weder durch Ammoniumoxalatlösung, noch durch Natriumcarbonatlösung oder Schwefelammoniumlösung verändert werden.

7. Prüfung auf Eisen.

Man versetzt die Lösung von 3 g Natriumchlorid in 20 ccm Wasser mit einigen Tropfen Salpetersäure (1.150—1.152) und kocht auf; die erkaltete Lösung soll durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

8. Gehaltsbestimmung.

Man löst 2.5 g Natriumchlorid in 250 ccm Wasser; 25 ccm dieser Lösung werden mit einigen Tropfen Kaliumchromatlösung versetzt und mit $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.005846 g Natriumchlorid, log. 76686.

2. Natriumchlorid, geschmolzen.

Farblose oder schwach rötlich gefärbte, durchscheinende Stücke.

Die Prüfungen und die Gehaltsbestimmung werden ausgeführt, wie bei kristallisiertem Natriumchlorid beschrieben wurde.

Natriumhydrosulfit.
Natrium hydrosulfurosum.

$Na_2S_2O_4$. Molekulargewicht 174.14.

Weißes Pulver, welches sich in Wasser sehr leicht löst; die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral, nimmt aber begierig Sauerstoff auf und reagiert dann infolge Bildung von Natriumbisulfit und Natriumbisulfat sauer.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Natriumhydrosulfit in 10 ccm Wasser wird mit 10 ccm Perhydrol und chloridfreier Kalilauge bis zur alkalischen Reaktion versetzt und zur Trockene eingedampft. Der Abdampfrückstand wird in 20 ccm Wasser gelöst, mit 5 ccm

Salpetersäure (1.150—1.152) angesäuert und mit Silbernitratlösung versetzt. Es darf höchstens eine schwache Opaleszenz bemerkbar sein.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Natriumhydrosulfit in 10 ccm Wasser wird nach Zusatz von 20 ccm Salzsäure (1.124—1.126) zur Trockene eingedampft; der Abdampfrückstand wird in 20 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit Schwefelwasserstoffwasser versetzt. Es darf keine Veränderung eintreten; auch nach weiterem Zusatz von Ammoniaklösung im Überschuß und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf keine Färbung oder Abscheidung eines Niederschlages erfolgen.

3. Prüfung auf Arsen.

5 g Natriumhydrosulfit werden in kleinen Mengen in 25 ccm Salpetersäure (1.30) eingetragen, nach Zusatz von 10 ccm Schwefelsäure (1.84) auf dem Wasserbade eingedampft und alsdann auf dem Sandbade bis zur beginnenden Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen erhitzt. Der Rückstand wird nach dem Erkalten mit 50 ccm Wasser verdünnt. Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g granuliertem, arsenfreiem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang und bringt sodann obige Lösung in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

4. Gehaltsbestimmung*).

In einem kleinen Kölbchen mit Glasstopfen löst man 1 g Natriumhydrosulfit in 10 ccm Formaldehydlösung (35%ig) und 5 ccm Wasser und läßt die Lösung verschlossen etwa 20 Minuten stehen. Hierauf bringt man die Lösung in einen Meßkolben

*) F. de Bacho, Zeitschr. f. analyt. Ch. Bd. 61, S. 209; 1922.

von 500 ccm Inhalt, fügt 150—200 ccm Wasser, 2 Tropfen Methylorangelösung und Normal-Schwefelsäure bis zur deutlich sauren Reaktion hinzu und füllt mit Wasser bis zur Marke auf. 50 ccm dieser Lösung werden mit Phenolphthaleïn und $^1/_{10}$ Normal-Natronlauge bis zur schwachen Rosafärbung versetzt und unter Anwendung von Stärkelösung mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung titriert*).

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0043535 g $Na_2S_2O_4$, log. 63884.

Nach dem Entfärben der titrierten Lösung mit einem Tropfen Natriumthiosulfatlösung wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natronlauge titriert**).

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natronlauge = 0.0034828 g $Na_2S_2O_4$, log. 54193.

Enthält das Natriumhydrosulfit Natriumthiosulfat, was fast immer der Fall ist und qualitativ***) zu ermitteln wäre, so wird der Natriumthiosulfatgehalt in folgender Weise berechnet. Man multipliziert die Anzahl ccm Natronlauge mit dem Faktor $^4/_5$ und subtrahiert die erhaltene Zahl von der verbrauchten Anzahl ccm Jodlösung. Die Differenz ist das Maß für den Thiosulfatgehalt.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.024822 g $Na_2S_2O_3 + 5\,H_2O$, log. 39484.

---

*) $Na_2S_2O_4 + 3\,H_2O + 4\,J = NaHSO_4 + 4\,HJ + NaHSO_3$. Das entstandene Natriumbisulfit gibt mit Formaldehyd Bisulfitformaldehyd, welcher unter den Titrationsverhältnissen weder auf Jod, noch auf Lauge reagiert. Enthält das Natriumhydrosulfit Natriumthiosulfat, so wird dieses gemäß der Gleichung:

$2\,Na_2S_2O_3 + 2\,J = Na_2S_4O_6 + 2\,NaJ$ mittitriert.

**) $NaHSO_4 + 4\,HJ + 5\,NaOH = Na_2SO_4 + 4\,NaJ + 5\,H_2O$.

***) Etwa 0.3 g Natriumhydrosulfit werden in 10 ccm Wasser unter Zusatz von etwas Natronlauge gelöst und an der Luft bis zur völligen Oxydation der hydroschwefligen Säure geschüttelt. Sodann wird noch Natronlauge und Aluminiumdraht zugefügt. Die nach einigen Minuten filtrierte Lösung wird mit Bleiacetatlösung auf Sulfid geprüft.

Natriumhydroxyd.
Ätznatron. Natrium hydricum.

NaOH. Molekulargewicht 40.01.

Das Natriumhydroxyd kommt im chemischen Laboratorium in drei verschiedenen Sorten zur Verwendung, und zwar:

1. Natriumhydroxyd, reinst, aus Natrium.
2. Natriumhydroxyd, rein.
3. Natriumhydroxyd, gereinigt.

Diese drei Präparate unterscheiden sich hauptsächlich durch den Gehalt an Chlorid, Sulfat, Silikat und Tonerde.

1. Natriumhydroxyd, reinst, aus Natrium.

Weiße, sehr hygroskopische Stücke, welche an den Bruchflächen kristallinische Struktur zeigen. Das Präparat enthält 95—98% Natriumhydroxyd.

1. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Natriumhydroxyd in 20 ccm Wasser und 10 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) darf nach Zusatz von einigen Tropfen Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Nitrat.

   a) Die Lösung von 2 g Natriumhydroxyd und einem Körnchen Natriumchlorid in 10 ccm Wasser und 20 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) wird mit einem Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

   b) Man bringt die Lösung von 50 g Natriumhydroxyd in 100 ccm Wasser in einen Destillationskolben, fügt 2 g Devarda'sche Legierung hinzu und verbindet den Destillationskolben mit einem Kugelaufsatz, Kühler und einer Vorlage, welche

2—3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält. Nach 1—2stündigem Stehen destilliert man ca. 50 ccm ab. Das Destillat wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Zur Neutralisation des Ammoniaks aus dem Natriumhydroxyd dürfen nicht mehr als 0.2 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure erforderlich sein.

3. Prüfung auf Nitrit.

Die Lösung von 1 g Natriumhydroxyd in 10 ccm Wasser und 10 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) darf nach Zusatz von Jodzinkstärkelösung keine blaue Farbe annehmen.

4. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Natriumhydroxyd in 50 ccm Wasser wird mit 15 ccm Salzsäure (1.124—1.126) angesäuert, zum Sieden erhitzt und mit Baryumchloridlösung versetzt. Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

5. Prüfung auf Phosphat.

Die Lösung von 5 g Natriumhydroxyd in 50 ccm Wasser wird mit 35 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 25 ccm einer salpetersauren Lösung von Ammoniummolybdat versetzt; nach 2stündigem Stehen bei ca. 40^0 darf keine gelbe Abscheidung erfolgt sein.

6. Prüfung auf Silikat.

5 g Natriumhydroxyd werden in einer Platinschale in 25 ccm Wasser und 25 ccm Salzsäure (1.124—1.126) gelöst. Die Lösung wird auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft, der Rückstand eine halbe Stunde bei 120^0 getrocknet und sodann in 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 90 ccm Wasser gelöst. Ein etwa unlöslicher Rückstand wird abfiltriert und ausgewaschen; die Menge desselben darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.001 g betragen.

7. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

Die Lösung von 50 g Natriumhydroxyd in 250 ccm Wasser wird mit 90 ccm konzentrierter Essigsäure (1.064), dann mit 40 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt und auf dem Wasserbade erwärmt, bis der Geruch nach Ammoniak verschwunden ist. Nach Zusatz von einigen Tropfen Ammoniaklösung darf innerhalb 15 Stunden keine oder doch nur äußerst geringe flockige Abscheidung erfolgen. Im letzteren Falle wird der Niederschlag abfiltriert und ausgewaschen; das Gewicht desselben darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.001 g betragen.

Mit dem Filtrat werden folgende Prüfungen ausgeführt: 20 ccm desselben versetzt man nach dem Verdünnen mit 30 ccm Wasser mit Ammoniumoxalatlösung; nach 2stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Calciumoxalat erfolgt sein.

Werden 20 ccm des Filtrats mit einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung versetzt, so darf weder Grün- noch Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

8. Gehaltsbestimmung, sowie Bestimmung des Gehaltes an Natriumcarbonat.

Die Lösung von 1 g Natriumhydroxyd in 100 ccm Wasser wird kalt unter Anwendung von Phenolphthaleïn mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Verschwinden der Rotfärbung sollen mindestens 24.1 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. Nun setzt man 1 Tropfen Methylorange zu und titriert weiter bis zum Farbenumschlag nach Rot. Bei dieser zweiten Titration dürfen höchstens 0.3 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. (3.18% Na_2CO_3)*).

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.04001 g Natriumhydroxyd, log. 60217.

*) Bezüglich der Berechnung des Gehaltes an Natriumcarbonat siehe Anmerkung bei Kaliumhydroxyd, reinst.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.0530 g Natrium-carbonat, log. 72428.

2. Natriumhydroxyd, rein.

Weiße, sehr hygroskopische Stangen oder Stücke mit kristallinischem Bruch. Das Präparat enthält 95—98% Natriumhydroxyd.

Die Prüfung auf Nitrat wird ausgeführt, wie bei Natriumhydroxyd, reinst beschrieben wurde.

1. Prüfung auf Chlorid.

20 ccm der Lösung von 1 g Natriumhydroxyd in 100 ccm Wasser dürfen nach dem Ansäuern mit 2 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) auf Zusatz von einigen Tropfen Silbernitratlösung höchstens eine schwache Opaleszenz zeigen.

2. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Natriumhydroxyd in 50 ccm Wasser wird mit 15 ccm Salzsäure (1.124—1.126) angesäuert, zum Sieden erhitzt und mit Baryumchloridlösung versetzt. Die Flüssigkeit darf nur schwache Trübung zeigen; sie soll in einem 2 cm weiten Reagenzglase noch durchsichtig sein.

3. Prüfung auf Silikat.

5 g Natriumhydroxyd werden in einer Platinschale in 25 ccm Wasser und 25 ccm Salzsäure (1.124—1.126) gelöst. Die Lösung wird auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft, der Rückstand eine halbe Stunde bei 120° getrocknet und sodann in 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 90 ccm Wasser gelöst. Ein etwa unlöslicher Rückstand wird abfiltriert und ausgewaschen; die Menge desselben darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.003 g betragen.

4. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

5 g Natriumhydroxyd sollen sich in 20 ccm Wasser klar und farblos lösen. Diese Lösung wird mit 80 ccm Wasser verdünnt, mit 30 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042), dann mit 10 ccm

Ammoniaklösung (0.96) versetzt und auf dem Wasserbade erwärmt, bis der Geruch nach Ammoniak verschwunden ist. Nach Zusatz von einigen Tropfen Ammoniaklösung darf innerhalb 15 Stunden nur geringe Abscheidung erfolgen. Der Niederschlag wird abfiltriert und ausgewaschen; das Gewicht desselben darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.003 g betragen. Je 50 ccm des Filtrates dürfen durch Ammoniumoxalatlösung nicht verändert werden und nach Zusatz von Schwefelammoniumlösung höchstens schwache Grünfärbung, keineswegs Braunfärbung oder Abscheidung eines Niederschlages zeigen.

5. Gehaltsbestimmung, sowie Bestimmung des Gehaltes an Natriumcarbonat.

Dieselben werden ausgeführt, wie bei Natriumhydroxyd, reinst, aus Natrium beschrieben wurde. Der Gehalt an Natriumcarbonat soll 4% nicht übersteigen.

3. Natriumhydroxyd, gereinigt.

Weiße, sehr hygroskopische Stangen oder Stücke mit kristallinischem Bruch. Das Präparat enthält 90—95% Natriumhydroxyd.

1. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 2 g Natriumhydroxyd und einem Körnchen Natriumchlorid in 10 ccm Wasser und 15 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

2. Prüfung auf Tonerde, Kalk und Schwermetalle.

2.5 g Natriumhydroxyd sollen sich in 10 ccm Wasser klar und farblos lösen. Wird diese Lösung mit 90 ccm Wasser verdünnt und mit 15 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042), dann mit 5 ccm

Ammoniaklösung (0.96) versetzt, so darf Abscheidung eines Niederschlages nicht eintreten. Diese Flüssigkeit darf sich nach Zusatz von Ammoniumoxalatlösung nicht sofort trüben und nach Zusatz von Schwefelammoniumlösung höchstens eine schwach grüne Farbe annehmen.

3. Gehaltsbestimmung, sowie Bestimmung des Gehaltes an Natriumcarbonat.

Die Lösung von 1 g Natriumhydroxyd in 100 ccm Wasser wird kalt unter Anwendung von Phenolphthaleïn mit Normal-Salzsäure titriert. Bis zum Verschwinden der Rotfärbung sollen mindestens 23 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. Nun setzt man 1 Tropfen Methylorange zu und titriert weiter bis zum Farbenumschlag nach Rot. Bei dieser zweiten Titration sollen höchstens 0.5 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden. (5.30 % Na_2CO_3)*).

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.04001 g Natriumhydroxyd, log. 60217.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.0530 g Natriumcarbonat, log. 7242.

Natrium, indigodisulfosaures.
Indigokarmin. Natrium indigosulfuricum.

$C_{16}H_8N_2O_2(SO_3Na)_2$.

Molekulargewicht 466.22.

Dunkelblaues Pulver, löslich in Wasser.

1. Bestimmung des Wassergehaltes.

Beim Trocknen bei 100° darf indigodisulfosaures Natrium nicht mehr als 10 % an Gewicht verlieren.

2. Prüfung auf in Wasser unlösliche Verunreinigungen.

Man löst 1 g indigodisulfosaures Natrium in 200 ccm Wasser und filtriert diese Lösung durch

---

*) Bezüglich der Berechnung des Gehaltes an Natriumcarbonat siehe Anmerkung bei Kaliumhydroxyd, reinst.

ein bei 100° getrocknetes und gewogenes Filter. Man wäscht das Filter mit Wasser aus, trocknet es bei 100° und wägt. Der Rückstand soll nicht mehr als 0.01 g betragen.

3. Bestimmung des Gehaltes an Indigotin.

1 g indigodisulfosaures Natrium wird in einem Meßkolben von 1 Liter Inhalt in Wasser gelöst, und die Lösung nach Zusatz von 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. 100 ccm dieser Lösung werden in einer Porzellanschale nach dem Verdünnen mit 600 ccm Wasser mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert. Es wird bemerkt, daß als Endpunkt der Titration der Übergang der Farbe von Grün in Hellgelb und nicht etwa die beginnende Rotfärbung zu betrachten ist.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.007493 g Indigotin*), log. 87466.

Der Gehalt an Indigotin betrage nicht unter 45%.

Natriummetabisulfit.
Saures schwefligsaures Natrium.
Natriumpyrosulfit.
Natrium metabisulfurosum.

$Na_2 S_2 O_5$. Molekulargewicht 190.14.

Weißes, nach schwefliger Säure riechendes Pulver, welches in 4 Teilen Wasser löslich ist. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Natriummetabisulfit in 10 ccm Wasser wird mit 10 ccm Perhydrol (Wasserstoffsuperoxyd, 30%) und Kaliumhydroxydlösung**) bis

---

*) B. B. 1908, S. 1366.

**) Kaliumhydroxyd, reinst.

zur alkalischen Reaktion versetzt und auf dem Wasserbade eingedampft. Wird der Abdampfrückstand in 20 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit Salpetersäure angesäuert und mit Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens schwach opalisierende Trübung eintreten.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 2 g Natriummetabisulfit in 10 ccm Wasser wird nach Zusatz von 20 ccm Salzsäure (1.124–1.126) auf dem Wasserbade eingedampft. Wird der Abdampfrückstand in 20 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit Schwefelwasserstoffwasser versetzt, so darf keine Veränderung eintreten; nach Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammoniumlösung darf Abscheidung eines Niederschlages nicht erfolgen.

3. Prüfung auf Arsen.

5 g Natriummetabisulfit werden in kleinen Mengen in 25 ccm Salpetersäure (1.3) eingetragen. Nach beendetem Eintragen und Zusatz von 5 ccm Schwefelsäure (1.84) wird die Mischung auf dem Wasserbade so weit wie möglich eingedampft und sodann auf dem Sandbade bis zur beginnenden Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen erhitzt. Der Rückstand wird nach dem Erkalten in 50 ccm Wasser gelöst.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt die Lösung in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

4. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Natriummetabisulfit in 100 ccm ausgekochtem Wasser; von dieser Lösung läßt man

aus einer Bürette unter beständigem Umschütteln in eine Mischung von 30 ccm 1/10 Normal-Jodlösung und 5 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) einfließen, bis vollständige Entfärbung eintritt.

1 ccm 1/10 Normal-Jodlösung = 0.0047535 g Natriummetabisulfit, log. 67701.

30 ccm 1/10 Normal-Jodlösung = 0.142605 g Natriummetabisulfit, log. 15427 = a,

verbrauchte ccm Natriummetabisulfitlösung = b,

g Natriummetabisulfit = c.

$$\frac{a \times 10000}{b \times c} = \text{Prozentgehalt an Natriummetabisulfit.}$$

Natriumnitrat.
Natronsalpeter. Natrium nitricum.

$NaNO_3$. Molekulargewicht 85.01.

Farblose, durchsichtige, rhomboëdrische Kristalle, in 1.2 Teilen Wasser und in 80 Teilen Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Natriumnitrat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Chlorat und Perchlorat.

Wird 1 g Natriumnitrat schwach geglüht, der Glührückstand in 20 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit 1 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und Silbernitratlösung versetzt, so darf keine Veränderung eintreten.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 3 g Natriumnitrat in 60 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure

(1.124—1.126) und Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf Nitrit.

Die Lösung von 1 g Natriumnitrat in 20 ccm Wasser wird mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure und 1 ccm einer frisch bereiteten, farblosen Lösung von salzsaurem Metaphenylendiamin *) (0.5:100) versetzt; es darf keine gelbe oder gelbbraune Färbung eintreten.

5. Prüfung auf Jodat und Nitrit.

Werden 5 ccm der wässerigen Lösung (1:20) mit 3 oder 4 Tropfen verdünnter Schwefelsäure und Jodzinkstärkelösung versetzt, so darf innerhalb einer Minute Blaufärbung nicht eintreten.

6. Prüfung auf Kaliumsalz.

Die Lösung von 3 g Natriumnitrat in 6 ccm Wasser wird mit 3—5 Tropfen verdünnter Essigsäure und 5—10 Tropfen Cobalti-Natriumnitritlösung **) versetzt. Die Flüssigkeit soll klar bleiben; nach 2stündigem Stehen bei ca. 50° darf Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht erfolgt sein.

7. Prüfung auf Kalk und Schwermetalle.

Die Lösung von 3 g Natriumnitrat in 50 ccm Wasser darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch nach Zusatz von Ammoniaklösung durch Ammoniumoxalatlösung verändert werden; nach Zusatz von Schwefelammoniumlösung darf weder Grün- noch Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

8. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Natriumnitrat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure

---

*) Eine gefärbte Lösung von salzsaurem Metaphenylendiamin kann durch Erwärmen mit Tierkohle entfärbt werden.

**) Siehe Cobalti-Natriumnitritlösung.

(1.124 – 1.126) durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

9. Prüfung auf Jodat.

Die Lösung von 0,5 g Kaliumnitrat in 10 ccm Wasser wird mit 5 Tropfen verdünnter Schwefelsäure (1.110 – 1.114) und 5 Tropfen Jodzinkstärkelösung versetzt; es darf innerhalb 1 Minute keine Blaufärbung der Lösung auftreten.

10. Prüfung auf Phosphat.

Die Lösung von 10 g Natriumnitrat in 50 ccm Wasser wird mit 25 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und 25 ccm einer salpetersauren Lösung von molybdänsaurem Ammonium versetzt. Diese Flüssigkeit darf nach 2 – 3stündigem Stehen bei ca. 40° keine gelbe Abscheidung zeigen.

Natriumnitrit.
Salpetrigsaures Natrium. Natrium nitrosum.

$NaNO_2$. Molekulargewicht 69.01.

1. Natriumnitrit in Stangen.

Weiße oder schwach gelblich gefärbte, an der Luft feucht werdende, zähe Stängelchen, welche sich in ungefähr 2 Teilen Wasser lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch. Das Präparat enthält mindestens 98 % Natriumnitrit.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Natriumnitrit in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) durch Silbernitratlösung nicht mehr als opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Natriumnitrit in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) durch Baryumnitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Natriumnitrit und 1 g Ammoniumchlorid in 5 ccm Wasser wird auf dem Wasserbade zur Trockene verdampft und der Rückstand in 10 ccm Wasser gelöst. Diese Lösung darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammoniumlösung darf weder Grün- noch Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

4. Gehaltsbestimmung.

In eine Mischung von 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung, 300 ccm Wasser und 25 ccm verdünnte Schwefelsäure (1.110 – 1.114) läßt man unter fortwährendem Umschütteln 30 ccm einer Lösung von 1 g Natriumnitrit in 200 ccm Wasser langsam einfließen. Nach 10 Minuten fügt man 3 g Kaliumjodid hinzu und titriert das freie Jod unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Kaliumpermanganatlösung = 0.0034505 g Natriumnitrit, log. 53 788.

2. Natriumnitrit in Stangen, vollkommen kalifrei.

Prüfung auf Kaliumsalz.

Zu einer Lösung von 5 g kristallisiertem, essigsaurem Cobalt in 12 ccm Wasser fügt man eine Lösung von 10 g Natriumnitrit in 20 ccm Wasser, die mit 2 ccm verdünnter Essigsäure angesäuert wurde. Nach dem Verdünnen mit 25 ccm Wasser läßt man die Mischung 24 Stunden lang bei 40 – 50° stehen. Innerhalb dieser Zeit darf Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht eintreten.

Die übrigen Prüfungen und die Gehaltsbestimmung werden ausgeführt, wie bei Natriumnitrit in Stangen beschrieben wurde.

Natriumnitroprussiat.
Nitroprussidnatrium.
Natrium nitroprussicum cryst.

$Na_4 Fe_2 (CN)_{10} (NO)_2 + 4 H_2O$. Molekulargewicht 595.88.

Rubinrote, durchsichtige Kristalle, welche in 2.5 Teilen Wasser klar löslich sind.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Nitroprussidnatrium in 50 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Chlorid.

Ein inniges Gemisch von 0.5 g Nitroprussidnatrium und 1 g Kaliumnitrat (chlorfrei) wird durch Eintragen in kleinen Mengen in einem glühenden Porzellantiegel zum Verpuffen gebracht und alsdann einige Minuten geglüht. Der Glührückstand wird mit 20 ccm Wasser unter Erwärmen ausgelaugt, die Lösung filtriert und das Filtrat in einem Porzellantiegel mit 0.5 g Kaliumnitrat zur Trockene eingedampft. Der Abdampfrückstand wird erhitzt, bis die Masse ruhig fließt, und die Schmelze nach dem Erkalten in 20 ccm Wasser gelöst. Versetzt man das Filtrat dieser Lösung nach dem Ansäuern mit Salpetersäure mit Silbernitratlösung, so darf höchstens eine schwache Opaleszenz auftreten.

3. Gehaltsbestimmung.

Man löst in einem Meßkolben von 100 ccm Inhalt 2 g Nitroprussidnatrium in 100 ccm Wasser. 10 ccm dieser Lösung werden nach Zusatz von 40 ccm Wasser und 1 ccm Kaliumchromatlösung (1:20) mit $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung = 0.014897 g $Na_4 Fe_2 (CN)_{10} (NO)_2 + 4 H_2O$, log. 17310.

Natriumoxalat nach Sörensen.
Natrium oxalicum.

$C_2 O_4 Na_2$. Molekulargewicht 134.0

Natriumoxalat nach Sörensen, welches als Ursubstanz in der Acidimetrie und Oxydimetrie verwendet wird, ist mit Alkohol gefällt und bei 240° getrocknet.

Weißes, kristallinisches Pulver, löslich in 31 Teilen kaltem und 16 Teilen siedendem Wasser.

Das Präparat ist 100prozentig.

1. Prüfung auf hygroskopische Feuchtigkeit*).

   10 g Natriumoxalat dürfen beim Trocknen im Wassertrockenschrank während 24 Stunden nicht mehr als 0.001 g verlieren.

2. Prüfung auf Natriumcarbonat bezw. saures Natriumoxalat.

   In einem konischen Kolben von Jenaer Glas werden etwa 250 ccm Wasser und 10 Tropfen Phenolphthaleïnlösung (0.5 g Phenolphthaleïn in 50 ccm Alkohol und 50 ccm Wasser gelöst) unter Zuleitung von reiner, kohlensäurefreier Luft bis auf etwa 180 ccm eingedampft und nach dem Abkühlen auf gewöhnliche Temperatur 5 g Natriumoxalat zugesetzt. Durch vorsichtiges Schütteln unter stetiger Zuleitung von reiner Luft geht das Oxalat, wenngleich langsam, in Lösung. Die Lösung darf, wenn sie rot gefärbt ist, nicht mehr als höchstens 4 Tropfen $^1/_{10}$ Normalsäure verbrauchen, um farblos zu werden, während eine ursprünglich farblose Lösung mit höchstens 2 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Natronlauge eine deutliche rote Färbung annehmen muß.

3. Prüfung auf Chlorid und Sulfat.

   10 g Natriumoxalat werden in einem Platintiegel, am besten mit Hilfe einer Spirituslampe (Leuchtgas

---

*) Die Prüfungsvorschriften sind der Originalabhandlung von Sörensen, Z. f. analyt. Ch. 1903, S. 512, entnommen.

ist schwefelhaltig) zersetzt; das gebildete Carbonat wird in Salpetersäure (1.150—1.152) gelöst und die Lösung von der Kohle abfiltriert. In der einen Hälfte des Filtrats darf durch Silbernitratlösung keine Salzsäure, in der anderen Hälfte durch Baryumnitratlösung keine Schwefelsäure nachweisbar sein.

4. Prüfung auf Eisen und Kalium.

10 g Natriumoxalat werden in einem Platintiegel durch Glühen zersetzt, und jede Spur von Kohle wird durch die Gasgebläselampe weggeglüht. Der Rest muß, mit warmem Wasser in einer Platinschale behandelt, vollständig löslich sein, höchstens darf eine kaum wägbare Spur von Eisenoxyd ungelöst bleiben. Die, wenn nötig, filtrierte Lösung wird mit möglichst eisenfreier Salzsäure übersättigt, sodann in einer Platinschale auf dem Wasserbade eingedampft und der Rückstand 2 Stunden im Trockenschrank bei 120° stehen gelassen. Hiernach muß der Rückstand in Wasser klar löslich sein, und die Lösung darf

a) mit Kaliumrhodanidlösung nur eine Spur von Eisen erkennen lassen,
b) mit Natriumcobaltinitritlösung keine Reaktion auf Kalium geben.

5. Prüfung auf organische Verunreinigungen.

In einem reinen, gut ausgeglühten Reagenzglas wird 1 g Natriumoxalat mit 10 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure erst schwach, so lange Gasentwicklung stattfindet, dann stärker, bis zum beginnenden Verdampfen der Schwefelsäure, erwärmt. Nach dem Abkühlen wird die Farbe der Schwefelsäure mit der Farbe anderer 10 ccm der Schwefelsäure, die auf dieselbe Weise, nur ohne Natriumoxalatzusatz, behandelt worden sind, verglichen. Das Natriumoxalat darf auf diese Weise der Schwefelsäure nur einen äußerst schwachen, bräunlichen Farbenton geben.

6. Gehaltsbestimmung.

a) 0.4—0.5 g des bei 100⁰ bis zur Gewichtskonstanz getrockneten Natriumoxalats werden in einem Platintiegel mit aufgelegtem Deckel vorsichtig erhitzt. Um eine Fehlerquelle, die durch den Schwefelgehalt des Leuchtgases bedingt wird, zu umgehen, verwende man zum Halten des Tiegels eine Asbestplatte, die ein kreisrundes Loch besitzt, oder man benütze eine Berzelius-Spirituslampe.

Die Überführung des Oxalats in Carbonat ist in $^1/_4$—$^1/_2$ Stunde beendet, und man verbrennt sodann die vorhandene Kohle durch stärkeres Erhitzen bei halb bedecktem Tiegel. Nach dem Erkalten löst man den Tiegelinhalt in Wasser und titriert kalt mit $^1/_5$ Normal-Salzsäure unter Anwendung von Methylorange als Indikator.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure = 0.01340 g Natriumoxalat, log. 12710.

b) 10 ccm einer Lösung von 5 g Natriumoxalat in 200 ccm Wasser werden nach Zusatz von 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.0067 g Natriumoxalat, log. 82607.

Natriumphosphat (sekundäres). Natrium phosphoricum cryst.

$Na_2HPO_4 + 12 H_2O$. Molekulargewicht 358.24.

Farblose, durchscheinende, an trockener Luft verwitternde Kristalle, die sich in 6 Teilen Wasser lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch.

1. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Natriumphosphat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 20 ccm Salpetersäure

(1.150—1.152) durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 2 g Natriumphosphat und einem Körnchen Natriumchlorid in 10 ccm Wasser und 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) wird mit einem Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

3. Prüfung auf Carbonat und Sulfat.

Die Lösung von 1 g Natriumphosphat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124—1.226) nicht aufbrausen; nach Zusatz von Baryumchloridlösung darf innerhalb 3 Stunden Abscheidung von Baryumsulfat nicht eintreten.

4. Prüfung auf Kalium.

Durch ein Cobaltglas betrachtet, darf die durch Natriumphosphat gelb gefärbte Flamme nicht oder doch nur vorübergehend rot gefärbt erscheinen.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 2 g Natriumphosphat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure durch Schwefelwasserstoffwasser keine Veränderung erleiden. Versetzt man die Flüssigkeit sodann mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung, so darf weder eine Fällung, noch eine grüne Färbung eintreten.

6. Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh-schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt sodann eine Lösung von 2 g Natriumphosphat in 50 ccm Wasser in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen

Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

7. Gehaltsbestimmung.

5 g gepulvertes Natriumphosphat werden in 100 ccm Wasser gelöst und nach Zusatz von 2—3 ccm kaltgesättigter wässeriger Natriumchloridlösung mit Normal-Salzsäure und Methylorange als Indikator titriert.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.35824 g $Na_2HPO_4 + 12 H_2O$, log. 55418.

Diese gegen Methylorange neutrale Lösung wird mit Normal-Kalilauge und Phenolphthaleïn als Indikator zurücktitriert. Der Mehrverbrauch an Normal-Kalilauge soll nicht mehr als 0.2 ccm betragen (begrenzte Mengen des primären Salzes).

Natriumpyrophosphat.
Natrium pyrophosphoricum.

$Na_4 P_2 O_7 + 10 H_2O$. Molekulargewicht 446.24.

Weiße, durchscheinende Kristalle, welche in 10 bis 12 Teilen kaltem Wasser, in etwas mehr als 1 Teil siedendem Wasser löslich, in Alkohol unlöslich sind. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch.

1. Prüfung auf Natriumphosphat.

Die wässerige Lösung von Natriumpyrophosphat (1:20) soll mit Silbernitratlösung eine rein weiße Fällung geben.

2. Gehaltsbestimmung.

Man titriert die Lösung von 5 g Natriumpyrophosphat in 75 ccm Wasser mit Normal-Salzsäure und Methylorange als Indikator.

1 ccm Normal-Salzsäure = 0.22312 g Natriumpyrophosphat, log. 34854.

Die übrigen Prüfungen werden ausgeführt, wie bei Natriumphosphat beschrieben wurde.

Natriumsulfat.
Natrium sulfuricum cryst.

$Na_2SO_4 + 10H_2O$. Molekulargewicht 322.23.

Farblose, verwitternde Kristalle, in 3 Teilen kaltem, in 0.4 Teilen siedendem Wasser löslich, in Alkohol unlöslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral.

1. Prüfung auf in Wasser unlösliche Verunreinigungen.

   5 g Natriumsulfat sollen sich in 50 ccm Wasser klar lösen.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Natriumsulfat in 20 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Kalk und Magnesia.

   Die wässerige Lösung (1:20) darf weder durch Ammoniumoxalatlösung, noch nach Zusatz von Ammoniaklösung durch Ammoniumphosphatlösung verändert werden.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

   Die Lösung von 1 g Natriumsulfat in 20 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

   Wird die Lösung von 1 g Natriumsulfat in 20 ccm Wasser nach Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure (1.150 – 1.152) zum Sieden erhitzt und nach dem Erkalten mit Kaliumrhodanidlösung versetzt, so darf keine Rotfärbung eintreten.

5. Prüfung auf Arsen.

   Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure

(1:5) in Gang und bringt sodann eine Lösung von 2 g Natriumsulfat in 20 ccm Wasser in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

Natriumsulfid.
Schwefelnatrium. Natrium sulfuratum.

$Na_2S + 9H_2O$. Molekulargewicht 240.21.

Farblose, durchsichtige Kristalle, welche sich in Wasser leicht und klar lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch. Das Präparat enthält mindestens 97% $Na_2S + 9H_2O$.

1. Prüfung auf Stickstoff.

   Man bringt die Lösung von 10 g Natriumsulfid in 100 ccm Wasser in einen Destillationskolben, fügt 2 g Devarda'sche Legierung und 50 ccm stickstoffreie Natronlauge (1.3) hinzu, und verbindet den Destillationskolben mit einem Kugelaufsatz, Kühler und einer Vorlage, welche 2—3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält. Nach 1—2stündigem Stehen destilliert man ca. 50 ccm ab. Das Destillat wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Der Verbrauch an Kalilauge darf höchstens um 0.2 ccm geringer sein als die Menge der vorgelegten Säure.

2. Gehaltsbestimmung und Prüfung auf Sulfit und Thiosulfat.

   a) Man löst 1 g Natriumsulfid in 100 ccm Wasser; 20 ccm dieser Lösung läßt man einfließen in eine Mischung von 20 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und 100 ccm Wasser. Nach Zusatz von 3 ccm

Salzsäure (1.124—1.126) wird der Überschuß von Jod unter Anwendung von Stärkelösung mit $^{1}/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert.

1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0120105 g $Na_2S + 9 H_2O$, log. 07956.

b) Man kocht die Lösung von 2 g Natriumsulfid in 25 ccm Wasser nach Zusatz von 20 ccm Normal-Schwefelsäure, bis kein Geruch nach Schwefelwasserstoff mehr wahrnehmbar ist und titriert den Überschuß an Normal-Schwefelsäure mit Normal-Kalilauge und Methylorange als Indikator zurück.

1 ccm Normal-Schwefelsäure = 0.1201 g $Na_2S + 9 H_2O$, log. 07954.

c) Man versetzt die Lösung von 1 g Natriumsulfid in 100 ccm Wasser mit einer Lösung von 2 g kristallisiertem Zinksulfat in 150 ccm Wasser und filtriert nach tüchtigem Umschütteln und halbstündigem Stehen. 50 ccm des Filtrates werden unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^{1}/_{10}$ Normal-Jodlösung titriert. Bis zum Eintritt der Blaufärbung darf nicht mehr als 0.1 ccm $^{1}/_{10}$ Normal-Jodlösung verbraucht werden.

Natriumsulfid, in Lösung (5 % Na_2S) für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl. Liquor Natrii sulfurati (5 % Na_2S).

Die Prüfung auf Stickstoff wird ausgeführt, wie bei Kaliumsulfid, in Lösung, beschrieben wurde.

Natriumsulfit.
Natrium sulfurosum.

1. Natriumsulfit, kristallisiert.

$Na_2SO_3 + 7H_2O$. Molekulargewicht 252.18.

Farblose, prismatische, an der Luft verwitternde Kristalle, leicht löslich in Wasser. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch.

1. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Natriumsulfit in 10 ccm Wasser wird mit 10 ccm Perhydrol (Wasserstoffsuperoxyd, 30%) und Kaliumhydroxydlösung*) bis zur alkalischen Reaktion versetzt und auf dem Wasserbade eingedampft. Wird der Abdampfrückstand in 20 ccm Wasser gelöst, die Lösung mit Salpetersäure angesäuert und mit Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens schwache Opaleszenz eintreten.

2. Prüfung auf Schwermetalle.

   Die Lösung von 2 g Natriumsulfit in 10 ccm Wasser wird nach Zusatz von 20 ccm Salzsäure (1.124—1.126) auf dem Wasserbade eingedampft. Wird der Abdampfrückstand in 20 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit Schwefelwasserstoffwasser versetzt, so darf keine Veränderung eintreten; nach Zusatz von Ammoniaklösung und Schwefelammoniumlösung darf Abscheidung eines Niederschlages nicht erfolgen.

3. Prüfung auf Arsen.

   5 g Natriumsulfit werden in kleinen Mengen in 25 ccm Salpetersäure (1.3) eingetragen. Nach beendetem Eintragen und Zusatz von 5 ccm Schwefelsäure (1.84) wird die Mischung auf dem Wasser-

*) Kaliumhydroxyd, reinst.

bade soweit wie möglich eingedampft und sodann auf dem Sandbade bis zur beginnenden Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen erhitzt. Der Rückstand wird nach dem Erkalten in 50 ccm Wasser gelöst.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh-schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt die Lösung in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

4. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Natriumsulfit in 100 ccm ausgekochtem Wasser; von dieser Lösung läßt man aus einer Bürette unter beständigem Umschütteln in eine Mischung von 30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) einfließen, bis vollständige Entfärbung eintritt.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.012609 g $Na_2SO_3 + 7H_2O$, log. 10068.

30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.37827 g $Na_2SO_3 + 7H_2O$, log. 57780 = a.

Verbrauchte ccm Natriumsulfitlösung = b.

g Natriumsulfit in 100 ccm = c.

$$\frac{a \times 10\,000}{b \times c} = \text{Prozentgehalt an Natriumsulfit.}$$

2. Natriumsulfit, trocken.

Na_2SO_3. Molekulargewicht 126.07.

Weißes Pulver, welches 85—90% wasserfreies Natriumsulfit enthält.

Die Prüfungen auf Chlorid, Schwermetalle und Arsen werden ausgeführt, wie bei Natriumsulfit, kristallisiert, be-

schrieben wurde, jedoch sind für je 1 g des kristallisierten Salzes 0.5 g trockenes Natriumsulfit zu verwenden.

Die Gehaltsbestimmung wird ausgeführt, wie bei Natriumsulfit, kristallisiert, beschrieben wurde.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0063035 g $Na_2 SO_3$, log. 79958.

30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.189105 g $Na_2 SO_3$, log. 27670 = a.

Natriumsuperoxyd.
Natrium peroxydatum.

$Na_2 O_2$. Molekulargewicht 78.0.

Hellgelbes, in Wasser unter lebhafter Entwicklung von Sauerstoff und starker Temperaturerhöhung sehr leicht lösliches Pulver. Beim vorsichtigen Eintragen von Natriumsuperoxyd in abgekühlte, verdünnte Mineralsäuren entsteht Wasserstoffsuperoxyd. Das Präparat enthält mindestens 92 % Natriumsuperoxyd.

1. Prüfung auf Sulfat.

5 g Natriumsuperoxyd werden in kleinen Mengen in eine Mischung von 25 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 100 ccm Wasser eingetragen. Die klare Lösung darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung und nach 15stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

2. Prüfung auf Chlorid.

3 g Natriumsuperoxyd werden in kleinen Mengen in eine Mischung von 20 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 100 ccm Wasser eingetragen. Die klare Flüssigkeit darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Phosphat.

Man trägt 2.5 g Natriumsuperoxyd in kleinen Mengen in eine Mischung von 20 ccm Salpetersäure

(1.150—1.152) und 100 ccm Wasser ein und dampft die Lösung auf dem Wasserbade zur Trockene ein. Der Abdampfrückstand wird in 10 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit 25 ccm salpetersaurer Ammoniummolybdatlösung versetzt. Beim Erwärmen auf 30—40° darf innerhalb 2 Stunden keine Abscheidung von gelbem Niederschlag eintreten.

4. Prüfung auf Stickstoff.

1 g Natriumsuperoxyd wird in einem geräumigen Nickeltiegel mit 0.3 g reinem Traubenzucker unter großer Vorsicht gemischt. Man bringt die Mischung zum Verpuffen, indem man den Boden des bedeckten Tiegels schwach erhitzt. Der erkaltete Verpuffungsrückstand wird in 5 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure angesäuert. Schichtet man einige Kubikcentimenter dieser Flüssigkeit über 5 ccm Diphenylaminlösung*), so darf an der Berührungsfläche der beiden Flüssigkeitsschichten keine Blaufärbung eintreten.

5. Prüfung auf Silikat.

10 g Natriumsuperoxyd werden in kleinen Mengen in eine Mischung von 50 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 100 ccm Wasser eingetragen. Die Lösung wird auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft, der Rückstand eine halbe Stunde bei ca. 120° getrocknet und sodann in 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 90 ccm Wasser gelöst. Ein etwa unlöslicher Rückstand wird abfiltriert und ausgewaschen; das Gewicht desselben darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.001 g betragen.

6. Prüfung auf Schwermetalle.

5 g Natriumsuperoxyd sollen sich beim vorsichtigen Eintragen in 100 ccm Wasser völlig klar und fast farblos lösen.

---

*) Siehe Anmerkung bei Diphenylamin.

40 ccm dieser Lösung dürfen nach Zusatz von 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

Werden 40 ccm der alkalischen Lösung mit einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung versetzt, so darf weder Grün- noch Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

7. Gehaltsbestimmung.

Die Wertbestimmung des Natriumsuperoxyds geschieht am einfachsten, indem man dasselbe unter Anwendung von Kobaltnitrat als Katalysator*) im Anhängefläschchen des Lunge'schen Gasvolumeters**) zersetzt und die Menge des entwickelten Sauerstoffs mißt.

Man bringt 0.5 g Natriumsuperoxyd in einem kleinen Wägegläschen in den äußeren Raum des Zersetzungsgefäßes und eine Mischung von 15 ccm verdünnter Schwefelsäure und 2 oder 3 Tropfen einer gesättigten Kobaltnitratlösung in den inneren Raum des Anhängefläschchens. Durch Neigen des Fläschchens läßt man die Flüssigkeit zum Natriumsuperoxyd fließen und bewirkt damit die Zersetzung des letzeren.

1 ccm Sauerstoff von 0° und 760 mm Druck = 0.006967 g Natriumsuperoxyd, log. 84300.

Natriumtetraborat.
Borax. Natrium biboricum.

$Na_2B_4O_7 + 10H_2O$. Molekulargewicht 381.76.

Harte, weiße Kristalle oder kristallinische Stücke, welche sich in ungefähr 25 Teilen kaltem, in 0.5 Teilen

*) Nach Archbutt-Großmann, Chem.-Ztg., 29. Jahrgang, S. 137 (1905).

**) Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, VII. Auflage, Band I, S. 199.

siedendem Wasser und reichlich in Glycerin lösen, in Alkohol aber fast unlöslich sind. Wenn Borax erhitzt wird, so bläht er sich auf, indem das Kristallwasser entweicht, und bei Rotglut schmilzt der wasserfreie Borax zu einer durchsichtigen, farblosen Masse.

Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch und färbt nach dem Ansäuern mit Salzsäure Kurkumapapier braun; diese Färbung tritt besonders beim Trocknen hervor und geht beim Besprengen mit Ammoniaklösung in Grünschwarz über.

1. Bestimmung des Wassergehaltes*).

1 g Borax soll nach dem Glühen 0.53 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Carbonat und Sulfat.

Die Lösung von 1 g Borax in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) nicht aufbrausen und durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Chlorid.

20 ccm der wässerigen Lösung (1:20) dürfen nach Zusatz von 3 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Kalk.

Die Lösung von 1 g Borax in 20 ccm Wasser darf durch Ammoniumoxalatlösung nicht getrübt werden.

5. Prüfung auf Eisenoxydsalz und auf Schwermetalle.

a) Die Lösung von 1 g Borax in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von 2 ccm Salzsäure (1.124—1.126) durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

---

*) Außer dem prismatischen Borax mit 10 Molekülen Kristallwasser gibt es noch einen Borax, welcher mit 5 Molekülen Wasser in Oktaedern kristallisiert.

b) Die wässerige Lösung (1:20) darf nach dem Ansäuern mit 2 ccm Salzsäure (1.124—1.126) durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

6. Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g Borax in 50 ccm Wasser, fügt einen Tropfen Methylorange zu und titriert die Lösung mit 1/5 Normal-Salzsäure.

1 ccm 1/5 Normal - Salzsäure = 0.038176 g $Na_2B_4O_7 + 10H_2O$, log. 58179.

Natriumtetraborat, entwässert.
Gebrannter Borax.
Natrium biboricum ustum.

$Na_2B_4O_7$. Molekulargewicht 201.6.

Weiße, schwammige Masse oder weißes Pulver, welches mindestens 75% wasserfreies Natriumtetraborat ($Na_2B_4O_7$) enthält.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie bei kristallisiertem Natriumtetraborat beschrieben wurde, jedoch sind für 1 g kristallisierten Borax 0.7 g Natriumtetraborat, entwässert, zu verwenden.

Gehaltsbestimmung.

Man löst 1 g gebrannten Borax in 50 ccm Wasser, fügt 1 Tropfen Methylorange zu und titriert die Lösung mit 1/5 Normal-Salzsäure. Bis zum Farbenumschlag sollen mindestens 37.2 ccm 1/5 Normal-Salzsäure verbraucht werden.

1 ccm 1/5 Normal-Salzsäure = 0.02016 g $Na_2B_4O_7$, log. 30449.

Natriumtetraborat, geschmolzen. Boraxglas. Wasserfreier Borax. Natrium biboricum fusum.

$Na_2B_4O_7$. Molekulargewicht 201.6.

Farblose, glasartige Stücke, welche beim Liegen an der Luft Feuchtigkeit aufnehmen und infolgedessen trübe werden.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie bei kristallisiertem Natriumtetraborat beschrieben wurde, jedoch sind für 1 g kristallisierten Borax 0.5 g Natriumtetraborat, geschmolzen, zu verwenden. Die Stücke sind im Achatmörser zu pulvern.

Gehaltsbestimmung.

Wird ausgeführt, wie bei kristallisiertem Natriumtetraborat angegeben ist.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure = 0.02016 g $Na_2B_4O_7$, log. 30449.

Natriumthiosulfat. Unterschwefligsaures Natrium. Natrium hyposulfurosum.

$Na_2S_2O_3 + 5H_2O$. Molekulargewicht 248.22.

Farb- und geruchlose Kristalle, welche bei gewöhnlicher Temperatur luftbeständig sind. Natriumthiosulfat schmilzt bei 50° in seinem Kristallwasser und löst sich in weniger als 1 Teil kaltem Wasser. Die wässerige Lösung (1 : 1) reagiert gegen Lackmuspapier schwach alkalisch. Zum Zweck der Prüfung sind die Lösungen mit frisch ausgekochtem Wasser herzustellen.

1. Prüfung auf Carbonat, Sulfat und Sulfit*).

Die Lösung von 3 g Natriumthiosulfat in 50 ccm Wasser wird mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung (ca. 120 ccm)

---

*) Über die Bestimmung von Sulfit neben Thiosulfat siehe Chem.-Ztg. 1906, S. 58.

versetzt, bis die Flüssigkeit schwach gelb gefärbt ist; nach Zusatz von Baryumchloridlösung darf keine Trübung eintreten.

2. Prüfung auf freies Alkali.

Die Lösung von 1 g Natriumthiosulfat in 10 ccm Wasser darf durch Phenolphthaleïnlösung nicht gerötet werden.

3. Prüfung auf Sulfid.

Die Lösung von 1 g Natriumthiosulfat in 10 ccm Wasser darf durch Zinksulfatlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Kalk.

Die Lösung von 1 g Natriumthiosulfat in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Ammoniaklösung durch Ammoniumoxalatlösung nicht getrübt werden.

5. Gehaltsbestimmung*).

Die Lösung von 1 g Natriumthiosulfat in 100 ccm Wasser wird unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.024822 g $Na_2 S_2 O_3 + 5 H_2 O$, log. 39484.

Natriumwismutat.
Natrium bismuticum.

Gelbes oder rotbraunes, amorphes Pulver, welches circa 5 % aktiven Sauerstoff enthält und sich beim Erhitzen an der Luft zuerst dunkelbraun und bei höherer Temperatur orangerot oder ziegelrot färbt. Natriumwismutat ist in Wasser unlöslich. Beim Behandeln mit verdünnter Schwefelsäure und Salpetersäure tritt Zersetzung unter Änderung der Farbe und Entwicklung

*) Über eine neue titrimetrische Bestimmung von Thiosulfat auch bei Gegenwart von Sulfit siehe Z. f. analyt. Ch. 1907, S. 485.

von ozonisiertem Sauerstoff ein. Von verdünnter Salzsäure wird Natriumwismutat unter Entwicklung von Chlor gelöst.

1. Prüfung auf Chlorid, Nitrat und lösliche Peroxyde.

Man erhitzt 30 ccm Wasser mit 3 g Natriumwismutat zum Sieden und filtriert. Das Filtrat darf nur schwach alkalisch reagieren.

10 ccm des Filtrates dürfen nach Zusatz einiger Tropfen Salpetersäure und Silbernitratlösung nur eine schwache Opaleszenz erkennen lassen.

Man schichtet eine Mischung von 10 ccm des Filtrates mit 3 ccm kaltgesättigter, wässeriger Ferrosulfatlösung auf 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure. An der Berührungsfläche beider Flüssigkeiten darf keine braune Zone auftreten.

10 ccm des Filtrates dürfen nach Zusatz einiger Körnchen Kaliumjodid und 1 ccm Salzsäure (1.124 bis 1.126) höchstens schwach gelb gefärbt sein; nach Zusatz einiger Tropfen Stärkelösung soll die Blaufärbung durch 1 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung verschwinden.

2. Prüfung auf Mangan.

1 g Natriumwismutat soll in 10 ccm Salpetersäure (1.2) beim Erwärmen im Wasserbade vollkommen löslich sein; diese Lösung darf höchstens schwach gelblich gefärbt sein.

3. Die Lösung von 1 g Natriumwismutat in 10 ccm Salzsäure (1.061—1.063) darf, nach dem vollständigen Verjagen des Chlors durch Erhitzen, nach Zusatz von Schwefelsäure (1.110—1.114) nicht verändert werden.

4. Gehaltsbestimmung.

Man versetzt in einem Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt 1 g Natriumwismutat mit einer Lösung von

3 g Kaliumjodid in 30 ccm Wasser, sodann mit 30 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und läßt das Kölbchen 1 Stunde unter Lichtabschluß verschlossen stehen. Darauf füllt man mit Wasser bis zur Marke auf, versetzt 50 ccm dieser Lösung mit 35 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung und titriert den Überschuß mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung unter Zusatz von Stärkelösung als Indikator zurück.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.0008 g aktiver Sauerstoff, log. 90309.

Anmerkung. Über die Verwendung des Natriumwismutats zur Bestimmung von Mangan in Stahl, Roheisen, Erzen usw. siehe Schneider, Dinglers Polytechn. Journal 1888, Band 269, S. 224; Reddrop und Ramage, Journal of the Chemical Society 1895, Band 67, S. 270; Brinton, Journ. Ind. and Engl. Chem. 1911, Band 3, S. 237 und Chem.-Ztg. Repert. 1911, S. 328 und 351; Demorest, Journ. Ind. and Engl. Chem. 1912, Band 4, S. 19 und Chem.-Ztg. Repert. 1912, S. 207; Blum, Journ. Americ. Chem. Society 1912, Band 34, S. 1379 und Chem.-Ztg. 1912, S. 1302; Little, The Analyst 1912, Band 37, S. 554 und Chem.-Ztg. 1913, S. 184; Döring, Chem.-Ztg. 1913, S. 1020.

Natriumwolframat.
Natrium wolframicum.

$Na_2WO_4 + 2H_2O$*). Molekulargewicht 330.03.

Farblose Prismen oder rhombische Tafeln, welche sich in 4 Teilen Wasser lösen. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier alkalisch.

1. Bestimmung des Wassergehaltes.

1 g Natriumwolframat soll nach schwachem Glühen ungefähr 0.88 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Natriumwolframat in 20 ccm Wasser wird mit 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) versetzt und filtriert. Das Filtrat darf nach Zusatz

*) Das Präparat enthält geringe Mengen von Natriumparawolframat ($Na_{10}W_{12}O_{41} + 28H_2O$).

von einigen Tropfen Silbernitratlösung innerhalb 10 Minuten höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Natriumwolframat in 25 ccm Wasser wird mit 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) 10—15 Minuten gekocht und sodann filtriert. 20 ccm des Filtrats dürfen durch Baryumnitratlösung nicht sofort getrübt werden.

4. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Wird die Lösung von 1 g Natriumwolframat in 10 ccm Wasser mit 5 ccm Natronlauge (1.3) erwärmt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches mit Hilfe von feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

5. Gehaltsbestimmung.

Man versetzt die Lösung von 1 g Natriumwolframat in 10 ccm Wasser mit 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und verdampft auf dem Wasserbade zur Trockene, erhitzt den Rückstand eine halbe Stunde auf 120°, fügt dann 20 ccm Salzsäure (1.124—1.126) hinzu und wiederholt die ganze Operation drei- oder viermal. Schließlich digeriert man den Rückstand mit Ammoniumnitratlösung, der etwas Salpetersäure zugesetzt wurde, filtriert, wäscht die Wolframsäure mit verdünnter Salpetersäure aus, trocknet, glüht und wägt den Rückstand. Das Gewicht des Glührückstandes soll mindestens 0.69 g betragen.

Natrium-Ammoniumphosphat.
Phosphorsalz.
Natrium-Ammonium phosphoricum.

$(NH_4)\,Na\,HPO_4 + 4\,H_2O$. Molekulargewicht 209.15.

Farblose, monokline Kristalle, in 5 Teilen Wasser löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmus-

papier alkalisch. Das Phosphorsalz muß, am Platindraht geschmolzen, eine klare und farblose Perle liefern.

Die Prüfungen sollen ausgeführt werden, wie bei Natriumphosphat beschrieben wurde.

Natrium-Kalium-carbonat, zum Aufschließen. Natrium-Kalium carbonicum pulvis.

Weißes Pulver, welches sich leicht in Wasser löst und aus einer Mischung von einem Teil wasserfreiem Natriumcarbonat und 1.3 Teilen Kaliumcarbonat besteht.

1. Prüfung auf Schwefelsäure.

   Die Lösung von 5 g Natrium-Kalium-carbonat in 100 ccm Wasser wird mit 20 ccm Salzsäure (1.124—1.126) angesäuert, zum Sieden erhitzt und mit Baryumchloridlösung versetzt. Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 2 g Natrium-Kalium-carbonat in 40 ccm Wasser und 10 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) wird zum Sieden erhitzt und mit Silbernitratlösung versetzt; es darf höchstens eine schwache Opaleszenz auftreten.

3. Prüfung auf Silicat.

   10 g Natrium-Kalium-carbonat werden in einer Platinschale in 25 ccm Wasser und 25 ccm Salzsäure (1.124—1.126) gelöst. Die Lösung wird auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft, der Rückstand eine halbe Stunde bei 120° getrocknet und sodann in 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 90 ccm Wasser gelöst. Ein etwa unlöslicher Rückstand wird abfiltriert und ausgewaschen; die Menge desselben darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.001 g betragen.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 10 g Natrium-Kalium-carbonat in 50 ccm Wasser und 20 ccm Salzsäure (1.124 bis 1.126) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; versetzt man sodann die Flüssigkeit mit Ammoniaklösung im Überschuß und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung, so darf weder eine grüne Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

Natrium-Kalium-carbonat, geschmolzen,

zur Kohlensäureentwicklung nach Kreußler.

Natrium-Kalium carbonicum fusum

zur Kohlensäureentwicklung nach Kreußler.

Weiße Stangen, die zur Entwicklung luftfreier Kohlensäure Verwendung finden.

Prüfung auf Lufteinschlüsse.

Die Oberfläche der Bruchstelle muß ein möglichst gleichmäßiges Aussehen haben und darf keinesfalls Hohlräume erkennen lassen.

Natronkalk.

Natrium hydricum cum Calce.

1. Natronkalk, granuliert.

Weiße, poröse Masse, entweder grob oder fein granuliert.

1. Prüfung auf zu reichlichen Gehalt an Carbonat.

Natronkalk darf, mit verdünnter Salzsäure übergossen, nicht zu sehr brausen.

2. Prüfung auf Stickstoff.

a) Natronkalk darf beim Glühen in einem Proberohr kein Ammoniak entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

b) Zu der Lösung von 50 g Natronkalk in 200 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) fügt man 2 g Devardasche Legierung und läßt die Mischung unter öfterem Umschwenken stehen, bis die Wasserstoffentwicklung aufgehört hat. Nach dem Erkalten wird die Flüssigkeit mit 100 ccm stickstofffreier Natronlauge (1.3) versetzt und destilliert, bis ungefähr 100 ccm übergegangen sind. Das Destillat wird in einer Vorlage aufgefangen, welche 2 – 3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält, und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Zur Neutralisation des Ammoniaks aus dem Natronkalk dürfen nicht mehr als 0.2 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure erforderlich sein.

2. Natronkalk aus isländischem Doppelspat, granuliert.

Weiße, poröse, granulierte Masse.

1. Prüfung auf Chlorid.

Man löst 5 g Natronkalk in 50 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und verdünnt die Lösung mit 100 ccm Wasser. Die Flüssigkeit darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Phosphat.

Man löst 10 g Natronkalk in 100 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und versetzt die Lösung mit 25 ccm einer salpetersauren Lösung von molybdänsaurem Ammonium. Nach 2 – 3 stündigem Stehen bei ca. 40° darf sich kein gelber Niederschlag abgeschieden haben.

3. Prüfung auf Schwefel.

5 g fein gepulverter Natronkalk werden mit 2 g Natriumnitrat gut gemischt und sodann in einem Silbertiegel geglüht. Man löst den Glührückstand

in 50 ccm Wasser, filtriert und versetzt das Filtrat nach Zusatz von 20 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126). mit Baryumchloridlösung; nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

Natronlauge.
Liquor Natri caustici.

a) N frei, 1,30.

Wasserhelle Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.3, welche in 100 Teilen ca. 27 Teile Natriumhydroxyd enthält.

Prüfung auf Stickstoff.

Man bringt 200 ccm Natronlauge in einen Destillationskolben, fügt 2 g Devarda'sche Legierung hinzu und verbindet den Destillationskolben mit einem Kugelaufsatz, Kühler und einer Vorlage, welche 2 – 3 ccm $^{1}/_{5}$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält. Nach 1 – 2 stündigem Stehen destilliert man ca. 70 ccm ab. Das Destillat wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^{1}/_{5}$ Normal-Kalilauge titriert. Zur Neutralisation des Ammoniaks aus der Natronlauge dürfen nicht mehr als 0.2 ccm $^{1}/_{5}$ Normal-Salzsäure erforderlich sein.

b) rein, N frei, 1.30.

Die Prüfung auf Stickstoff wird ausgeführt, wie bei Natronlauge N frei, 1.3, beschrieben wurde; die Prüfungen auf Sulfat, Chlorid, Silikat, Tonerde, Kalk und Schwermetalle werden ausgeführt, wie bei Natriumhydroxyd, rein, angegeben ist; für 1 g Natriumhydroxyd, rein, sind 3.7 g = 2.9 ccm Natronlauge, rein (1.3), zu verwenden.

c) rein 1.168—1.172.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.168—1.172. 100 Teile enthalten ca. 15 Teile Natriumhydroxyd.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie bei Natriumhydroxyd, rein, angegeben ist. Für 1 g Natriumhydroxyd, rein, sind 6.5 g = 5.6 ccm Natronlauge, rein (1.168—1.172), zu verwenden.

Nitrobenzaldehyd (ortho).

$C_6H_4(NO_2)CHO$. Molekulargewicht 151.05.

Hellgelbe Nadeln, welche bei 45—46° schmelzen und in Alkohol und Äther leicht löslich sind.

Nitrōn

für gravimetrische Salpetersäurebestimmung nach M. Busch.

1.4 Diphenyl- 3.5 endanilo-dihydrotriazol.

$C_{20}H_{16}N_4$. Molekulargewicht 312.16.

Glänzende, gelbe Blättchen oder amorphes Pulver. Schmelzpunkt 189° unter Zersetzung. Nitrōn ist löslich in Alkohol, Chloroform, Aceton und Essigäther, schwer löslich in Äther, unlöslich in Wasser. In Alkohol erleidet die Substanz partielle Zersetzung, wie an der eintretenden Rotfärbung der Lösung zu erkennen ist.

Als Reagens verwendet man eine 10 prozentige Lösung von Nitrōn in 5 prozentiger Essigsäure. Die Lösung ist gut verschlossen und vor Licht geschützt aufzubewahren.

Prüfung.

1 g Nitrōn soll sich in 10 ccm 5 prozentiger Essigsäure leicht und fast vollständig lösen.

Anmerkung. Literatur: M. Busch, Gravimetrische Bestimmung der Salpetersäure B. B. 1905, S. 861; C. Paal u. E. Weidenkaff, Bestimmung der Salpetersäure in organischen Salzen, B. B.

1905, S. 1688; E. Fischer, B.B. 1905, S. 4190; M. Busch, Bestimmung der Salpetersäure im Wasser, Z. f. U. d. N. u. G. 1905, Band 9, S. 464; A. Gutbier, Die gewichtsanalytische Bestimmung der Salpetersäure mittels „Nitrōn" nach M. Busch, Z. f. angew. Ch. 1905, S. 494; G. Lunge u. E. Berl, Zur Untersuchung von Mischsäuren aus Schwefelsäure und Salpetersäure, Z. f. angew. Ch. 1905, S. 1681; W. Traube u. A. Biltz, B. B. 1906, S. 168; M. Busch, Bestimmung von Nitrat neben Nitrit, B. B. 1906, S. 1401; M. Busch, Neue Methode zur Bestimmung des Stickstoffgehaltes der Nitrozellulose, Z. f. angew. Ch. 1906, S. 1329 u. Z. f. d. ges. Schieß- u. Sprengst.-W. 1906, S. 232; C. Paal u. G. Mehrtens, Gravimetrische Bestimmung des Salpeters in Fleisch, Z. f. U. d. N. u. G. 1906, Band 12, S. 410; H. L. Visser, Anwendung von Nitrōn in der mikrochemischen Analyse, Chem. Weekblad 3, 743 u. Chem. Zentralblatt 1907, I, 302; J. Litzendorff, Über die Verwendung des Nitrōns zur Bestimmung der Salpetersäure im Boden und in Pflanzen, Z. f. angew. Ch. 1907, S. 2209; M. Busch u. G. Blume, Quantitative Bestimmung der Pikrinsäure, Z. f. angew. Ch. 1908, S. 354; H. Franzen u. E. Löhmann, Über die Verwendung des Nitrōns zur Bestimmung der Salpetersäure in Flüssigkeiten, welche viel organische Substanzen enthalten, Journ. f. prakt. Ch. N. F. Band 79, S. 330; A. Hes, Über die gewichtsanalytische Bestimmung der Salpetersäure, Z. f. analyt. Ch. 1909, S. 81; M. Busch, Erwiderung an A. Hes, Z. f. analyt. Ch. 1909, S. 368; P. Pooth, Ein Beitrag zur gewichtsanalytischen Bestimmung der Salpetersäure nach M. Busch mittels Nitrōn, Z. f. analyt. Ch. 1909, S. 375; C. Paal u. A. Ganghofer, Über die Bestimmung der Salpetersäure mit Nitrōn, Z. f. analyt. Ch. 1909, S. 545; C. Paal u. A. Ganghofer, Über die Bestimmung des Salpeters in Fleisch mit Nitrōn, Z. f. U. d. N. u. G. 1910, Band 19, S. 322; L. Radlberger, Über die Anwendung des Nitrōns von Busch zur Analyse von Chilisalpetern Chem. Zentralblatt 1910, Band II, S. 685; Krog u. Lebellen, Bestimmung der Nitrate in Pflanzenteilen, Chem.-Ztg. 1911, S. 145; Seydel u. Wichers, Über Genauigkeit der Nitratbestimmungen, Z. f. angew. Ch. 1911, S. 2048; Gutbier u. Weise, Zur Bestimmung der Wolframsäure, Z. f. analyt. Ch. 1914, S. 426; Cope u. Barab, Analyse von in Sprengstoffen benutzten Substanzen, Chem. Zentralblatt 1918, I S. 245; Schmidt, Zur quantitativen Bestimmung von Nitroform, B. B. 1919, S. 410; Traube, Über das Fluorsulfonat des Nitrōns, B. B. 1919 S. 1276; Winkler, Bestimmung der Salpetersäure, Z. f. angew. Ch. 1921, S. 46.

Nitrophenole.

$C_6H_4(OH).(NO_2)$. Molekulargewicht 139.05.

a) Ortho-Nitrophenol.

Schwefelgelbe Nadeln oder Prismen, welche bei 44—45° schmelzen. Ortho-Nitrophenol ist wenig löslich in kaltem Wasser, reichlich in heißem, leicht in Alkohol und Äther.

b) Para-Nitrophenol.

Farblose oder schwach gelbliche Nadeln oder monokline Säulen, welche bei 112° schmelzen.

Para-Nitrophenol ist in Wasser nicht unbeträchtlich, in Alkohol leicht löslich.

Nitroso-β-Naphthol.
Nitroso-β-Naphtholum cryst.

$C_{10}H_6(NO).(OH)$. Molekulargewicht 173.06.

Orangebraune Kristalle, welche bei 109° schmelzen. Unlöslich in kaltem, sehr schwer löslich in siedendem Wasser. In Äther, Benzol und heißem Alkohol ist Nitroso-β-Naphthol sehr leicht löslich.

Oxalsäure.
Acidum oxalicum cryst.

$C_2O_4H_2 + 2H_2O$. Molekulargewicht 126.05.

Farb- und geruchlose, prismatische Kristalle. Die kristallisierte Oxalsäure löst sich in 10 Teilen kaltem, in etwa 3 Teilen siedendem Wasser, in 2.5 Teilen Alkohol und ist schwer löslich in Äther. Wenn man die wasserhaltige Oxalsäure im Kapillarrohr erhitzt, so zerfließt sie bei 98° in ihrem Kristallwasser. Die wasserfreie Oxalsäure schmilzt bei 187°. Durch Erwärmen auf 70° wird

die wasserhaltige Säure vollständig wasserfrei, die wasserfreie Oxalsäure sublimiert bereits bei 100°.

Das Präparat muß 99.8–100prozentig sein.

Die Kristalle dürfen nicht verwittert aussehen.

1. Prüfung auf Asche.

3 g kristallisierte Oxalsäure sollen nach dem Erhitzen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

5 g Oxalsäure werden in 100 ccm Wasser gelöst und mit 1 ccm Salzsäure (1.124–1.126) und 1 ccm Baryumchloridlösung versetzt; innerhalb 15 Stunden darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf Chlorid.

5 g Oxalsäure werden in 50 ccm Wasser gelöst, mit 15 ccm Salpetersäure (1.150–1.152) und einigen Tropfen Silbernitratlösung versetzt; die Lösung darf höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Prüfung auf Schwermetalle.

Die wässerige Lösung (1 : 10) sei vollkommen klar; 30 ccm derselben sollen durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden. Versetzt man diese Flüssigkeit sodann mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion, so darf weder Grün- oder Braunfärbung, noch Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

5. Prüfung auf Ammoniumverbindungen.

Werden 2.5 g Oxalsäure und 5 g reinstes Kaliumhydroxyd in 30 ccm Wasser gelöst, und versetzt man die Lösung mit ca. 15 Tropfen Neßlers Reagenz, so darf höchstens eine schwach gelbe, keineswegs jedoch braunrote Färbung der Flüssigkeit eintreten.

6. Prüfung auf Salpetersäure.

Schichtet man 10 ccm der wässerigen Lösung (1 : 10) über 10 ccm Diphenylaminlösung*), so darf

*) Siehe Anmerkung bei Diphenylamin.

an der Berührungsfläche der beiden Flüssigkeiten keine blaue Zone entstehen.

7. Gehaltsbestimmung.

a) Auf acidimetrischem Wege: Man löst 1 g kristallisierte Oxalsäure in 100 ccm Wasser; 25 ccm dieser Lösung werden bei Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator unter Kochen mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.012605 g kristallisierte Oxalsäure, log. 10054.

b) Auf oxydimetrischem Wege: 25 ccm der wässerigen Lösung (1 g kristallisierte Oxalsäure in 100 ccm Wasser) werden nach Zusatz von 6–8 ccm konzentrierter Schwefelsäure und Erwärmen auf etwa 60° mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.0063025 g kristallisierte Oxalsäure, log. 79950.

Palladium.
Palladium metallicum.

Pd. Atomgewicht 106.7.

Palladium kommt in Form von Blech und Draht, in seinem Aussehen dem Platin sehr ähnlich, und als Palladiumschwamm, eine graue, schwammige Masse, in den Handel. Das kompakte Metall ist in heißer Salpetersäure und in Königswasser löslich; Palladiumschwamm löst sich auch in Salzsäure bei Luftzutritt auf.

1. Unterscheidung des Palladiumblechs von Platinblech.

Bringt man auf Palladiumblech 1 Tropfen einer alkalischen Jodlösung und läßt dieselbe an der Luft freiwillig verdunsten, so wird das Palladium an

dieser Stelle schwarz; durch Glühen verschwindet die schwarze Farbe wieder. Bei gleicher Behandlung eines Platinbleches entsteht kein Fleck.

2. Prüfung auf Kupfer und Eisen.

Man löst Palladium in Königswasser und verdampft den Überschuß von Säure auf dem Wasserbade. Der Rückstand wird in Wasser gelöst und die Lösung mit Ammoniaklösung versetzt, bis der entstandene fleischfarbene Niederschlag von Palladiumchlorür-Ammoniak wieder gelöst ist. Man leitet in die Flüssigkeit Salzsäuregas ein, wodurch das Palladium als gelbes Palladosaminchlorid gefällt wird, während Eisen und Kupfer in Lösung bleiben. Der Niederschlag wird abfiltriert und das Filtrat mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt; es darf keine Färbung und keine Fällung eintreten.

Anmerkung. Über die quantitative Bestimmung des Palladiums und Trennung desselben von anderen Metallen siehe Fresenius, Anleitung zur quantitativen chemischen Analyse, 6. Auflage, Band I, S. 348 u. 481; H. Erdmann und O. Makowka, B. B. 1904, S. 2694 und Z. f. analyt. Ch. 1907, S. 141 u. 146, ferner A. Gutbier und F. Falco, Z. f. analyt. Ch. 1910, S. 287 u. 492.

Palladiumchlorür.
Palladium chloratum sicc.

$PdCl_2$. Molekulargewicht 177.62.

Dunkelbraunes Pulver, in Wasser infolge Bildung von basischem Salz trübe löslich, klar löslich nach Zusatz von etwas Salzsäure.

Das Präparat enthält ca. 60 % Palladium *).

Bestimmung des Gehaltes an Palladium.

0.5 g Palladiumchlorür werden in 2—3 ccm Salzsäure (1.124—1.126) gelöst. In die Lösung wird

*) Palladiumgehalt berechnet nach der Formel $PdCl_2$ = 60.08 %.

nach dem Verdünnen mit 100 ccm Wasser Acetylen eingeleitet bis zur vollständigen Ausfällung des Palladiums. Der Niederschlag wird abfiltriert, mit Wasser bis zum Verschwinden der Chloridreaktion ausgewaschen und noch feucht im gewogenen Porzellantiegel zunächst vorsichtig, dann stärker erhitzt, schließlich im Wasserstoffstrom geglüht und gewogen.

Palladiumnitrat.
Salpetersaures Palladiumoxydul.
Palladium nitricum sicc.

$Pd(NO_3)_2$. Molekulargewicht 230.72.

Braunes, zerfließliches Salz, welches sich infolge eines stets vorhandenen Gehaltes an basischem Salz in Wasser trübe löst.

Bestimmung des Gehaltes an Palladium.

0.5 g salpetersaures Palladiumoxydul werden in 5 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) unter Erwärmen auf dem Wasserbade gelöst. Die Lösung wird eingedampft, der Abdampfrückstand in 10 ccm Salzsäure (1.124 bis 1.126) gelöst und auch diese Lösung zur Trockene verdampft. Der Rückstand wird in 2—3 ccm Salzsäure (1.124—1.126) gelöst. In die Lösung wird nach dem Verdünnen mit 100 ccm Wasser Acetylen eingeleitet bis zur vollständigen Ausfällung des Palladiums. Der Niederschlag wird abfiltriert, mit Wasser bis zum Verschwinden der Chloridreaktion ausgewaschen und noch feucht im gewogenen Porzellantiegel zunächst vorsichtig, dann stärker erhitzt, schließlich im Wasserstoffstrom gegeglüht und gewogen.

Palladium-Natrium-Chlorür.
Palladium-Natrium chloratum.

$PdCl_2 + 2NaCl + 3H_2O$. Molekulargewicht 348.59.

Rotbraunes Pulver, löslich in Wasser.

Die Bestimmung des Palladiumgehaltes wird ausgeführt, wie bei Palladiumchlorür beschrieben wurde.

Perhydrol.
Wasserstoffsuperoxydlösung 30%.
Hydrogenium peroxydatum solutum 30%.

H_2O_2. Molekulargewicht 34.02.

Farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.115 bis 1.119, welche 30 Gewichtsprozente Wasserstoffsuperoxyd*) enthält. Die Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer**).

1. Prüfung auf freie Säuren.

   10 ccm Perhydrol werden mit 100 ccm Wasser verdünnt und zur Zersetzung des Wasserstoffsuperoxyds mit einigen Körnchen Platinmohr oder Braunstein versetzt. Man läßt die Flüssigkeit unter häufigem Umschütteln so lange stehen, bis die Sauerstoffentwicklung aufgehört hat, und filtriert. Das Filtrat soll nach Zusatz von Phenolphthaleïnlösung durch einen Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge gerötet werden.

2. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm Perhydrol dürfen nach dem Verdampfen auf dem Wasserbade keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

---

*) Eine Wasserstoffsuperoxydlösung, welche 30 Gewichtsprozente Wasserstoffsuperoxyd enthält, wird als 100 volumprozentig bezeichnet; durch diese Bezeichnung soll zum Ausdrucke gebracht werden, daß aus solchem Wasserstoffsuperoxyd das 100fache Volumen Sauerstoff in Freiheit gesetzt werden kann.

**) Die saure Reaktion wird durch den hohen Gehalt an Wasserstoffsuperoxyd bedingt.

3. Prüfung auf Salzsäure.

1 ccm Perhydrol mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit 1 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) versetzt, darf durch einige Tropfen Silbernitratlösuug nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Schwefelsäure.

Man verdünnt 1 ccm Perhydrol mit 20 ccm Wasser, fügt 1 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) hinzu, erhitzt zum Sieden und versetzt mit Baryumchloridlösung. Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

5. Prüfung auf Phosphorsäure.

Man dampft 5 ccm Perhydrol auf dem Wasserbade ein, nimmt einen etwa vorhandenen Rückstand mit 3 ccm Wasser auf, versetzt die Lösung mit 1 ccm Magnesiamischung und 3 ccm Ammoniaklösung (0.96). Nach 15stündigem Stehen darf keine Abscheidung erfolgt sein.

6. Prüfung auf Fluorwasserstoff.

Dampft man 10 ccm Perhydrol nach Zusatz von 0.1 g Magnesiumoxyd auf ein kleines Volumen ein, bringt die konzentrierte Lösung auf ein Uhrglas, verdampft zur Trockene und übergießt den Trockenrückstand mit Schwefelsäure, so darf das Uhrglas nach 2 – 3stündigem Stehen keine Ätzung aufweisen.

7. Prüfung auf Oxalsäure.

Die Lösung von 2 ccm Perhydrol in 10 ccm Wasser darf durch Calciumchloridlösung nicht verändert werden.

8. Gehaltsbestimmung.

Man wägt 1 g Perhydrol in ein Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt und füllt mit Wasser bis zur Marke auf. 20 ccm dieser Lösung werden mit 50 ccm Wasser verdünnt, mit 20 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110 – 1.114) versetzt und mit $^1/_{10}$ Normal-

Kaliumpermanganatlösung titriert. Bis zum Eintritt der Rotfärbung sollen mindestens 35 ccm verbraucht werden.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.0017008 g Wasserstoffsuperoxyd, log. 23065.

9. Gasvolumetrische Bestimmung.

Die Bestimmung beruht auf der Zersetzung des Perhydrols durch Kaliumpermanganatlösung und Messen des dabei frei werdenden Sauerstoffs in einem Gasvolumeter nach Lunge*).

Man bringt in das Innere des Anhängefläschchens 25 ccm einer wässerigen Perhydrollösung (10:1000); den äußeren Raum des Zersetzungsgefäßes beschickt man mit 20 ccm einer kaltgesättigten wässerigen Kaliumpermanganatlösung und 15 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110–1.114). Durch Neigen des Fläschchens läßt man die Perhydrollösung zu der sauren Kaliumpermanganatlösung fließen. Nach der Zersetzung ist noch 3 Minuten lang zu schütteln.

1 ccm Sauerstoff von 0^0 und 760 mm Druck = 0.00152 g H_2O_2, log. 18184.

Petroleumäther.
Benzinum Petrolei.

Niedrig siedende Anteile des Petroleums.

Farblose, nicht fluoreszierende, leicht entzündbare, flüchtige Flüssigkeit von eigenartigem, nicht unangenehmem Geruch, welche bei 0^0 nicht erstarrt. Petroleumäther löst sich in Äther und absolutem Alkohol in allen Verhältnissen, nicht hingegen in Wasser.

Spezifisches Gewicht 0.666—0.686.

Werden 100 ccm Petroleumäther auf dem Wasserbade destilliert, so sollen zwischen 40 und 70^0 mindestens 80 ccm übergehen.

---

*) Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 7. Auflage, Band I, S. 201.

1. Prüfung auf Säure.

Nach dem Schütteln von 10 ccm Petroleumäther mit 10 ccm Wasser darf das letztere keine saure Reaktion zeigen.

2. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen und schwere Öle.

20 ccm Petroleumäther sollen sich beim Erwärmen auf dem Wasserbade verflüchtigen ohne einen Rückstand zu hinterlassen. Auf Papier darf Petroleumäther nach dem Verdunsten keinen Fettfleck hinterlassen.

3. Prüfung auf Schwefelverbindungen und reduzierende Verunreinigungen.

Wird eine Mischung von 5 ccm Petroleumäther und 10 ccm alkoholischer, ammoniakalischer Silberlösung*) 5 Minuten lang vor Licht geschützt in einem Wasserbade von ca. 50° erwärmt, so darf eine Bräunung der Mischung nicht eintreten.

Anmerkung. Die Prüfung des Petroleumäthers auf Benzol durch Nitrierung des letzteren mit Salpeter-Schwefelsäure wurde unter die Prüfungsvorschriften nicht aufgenommen, weil es bisher nicht möglich gewesen ist, einen Petroleumäther herzustellen, welcher dieser Prüfung entsprechen würde.

Phenacetolin.
Phenacetolinum.

Brauner Farbstoff, der in Alkohol löslich ist.

Phenacetolin ist ein Reaktionsprodukt, welches bei der Einwirkung von konzentrierter Schwefelsäure und Eisessig auf Phenol entsteht.

*) Die alkoholische, ammoniakalische Silberlösung wird hergestellt durch Mischen von 10 ccm einer Lösung von 1 g Silbernitrat in 100 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) mit 5 ccm alkoholischer Ammoniaklösung (9—10%).

Der Indikator wird dargestellt, indem man 1 g Phenacetolin in der Wärme mit Alkohol digeriert, die Lösung auf 100 ccm auffüllt und filtriert.

Prüfung auf Empfindlichkeit.

Man versetzt 100 ccm destilliertes Wasser mit 2 Tropfen des Indikators. Auf Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge soll die hellbraune Farbe des Wassers in Rosa und nach Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure in Goldgelb umschlagen.

Anmerkung. Über die Eigenschaften und die Verwendung des Phenacetolins als Indikator siehe Glaser, Indikatoren der Acidimetrie und Alkalimetrie S. 69.

Phenolphthaleïn.
Phenolphthaleinum.

$C_{20}H_{14}O_4$ Molekulargewicht 318.11.

Weißes oder gelblichweißes Pulver, welches bei ungefähr 260° schmilzt. Phenolphthaleïn ist in Wasser fast unlöslich und in Petroleumäther und Benzol sehr schwer löslich; es löst sich in ungefähr 5 Teilen Alkohol oder Aceton, in etwa 20 Teilen Äther und in 35 Teilen Chloroform. Phenolphthaleïn wird als Indikator in Lösung von 1 g in 100 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) verwendet.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   0.5 g Phenolphthaleïn dürfen nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Löslichkeit in Alkohol.

   1 g Phenolphthaleïn soll sich in 15 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) klar auflösen; die alkoholische Lösung (1:100) sei farblos.

3. Prüfung auf Fluoran.

   0.5 g Phenolphthaleïn sollen sich in einer Mischung von 1 ccm Natronlauge (1.168—1.172) und 50 ccm Wasser vollständig lösen.

mit $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge. Bis zum Farbenumschlag nach Gelb darf höchstens 0.1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge verbraucht werden.

2. Prüfung auf Salpetersäure.

Man verdünnt 2 ccm Phosphorsäure mit 8 ccm Wasser und schichtet diese Flüssigkeit über 5 ccm Diphenylaminlösung *). An der Berührungsfläche der beiden Schichten darf keine blaue Zone entstehen.

3. Prüfung auf Halogenwasserstoffsäuren und phosphorige Säure.

2 ccm Phosphorsäure sollen, mit 18 ccm Wasser verdünnt, durch Silbernitratlösung weder in der Kälte, noch beim Erwärmen verändert werden.

4. Prüfung auf Schwefelsäure.

20 ccm der mit dem 10fachen Volumen Wasser verdünnten Phosphorsäure dürfen nach Zusatz von Baryumchloridlösung und 2–3stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

5. Prüfung auf Metaphosphorsäure.

Wird die mit 10 Teilen Wasser verdünnte Säure in eine verdünnte Eiweißlösung eingetropft, so darf keine Trübung entstehen.

6. Prüfung auf Ammoniumsalze.

2 ccm Phosphorsäure werden mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit einer Lösung von Kaliumhydroxyd **) in Wasser bis zur alkalischen Reaktion und mit 10–15 Tropfen Neßlers Reagenz versetzt; es darf höchstens schwach gelbe, keineswegs jedoch braunrote Färbung oder Fällung eintreten.

7. Prüfung auf Schwermetalle und Erden.

a) 20 ccm der mit dem 10fachen Volumen Wasser verdünnten Phosphorsäure dürfen durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

---

*) Siehe Anmerkung bei Diphenylamin.

**) Kaliumhydroxyd, reinst.

b) Werden 20 ccm der mit dem 10fachen Volumen Wasser verdünnten Phosphorsäure mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt, so darf weder durch Ammoniumoxalatlösung, noch durch Schwefelammoniumlösung Abscheidung eines Niederschlages hervorgerufen werden.

c) Eine Mischung von 5 ccm Phosphorsäure mit 20 ccm absolutem Alkohol soll vollständig klar bleiben.

8. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Verunreinigungen.

Werden 5 ccm Phosphorsäure mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure und mit 5 Tropfen $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung versetzt und 5 Minuten lang auf 100° erhitzt, so darf die rote Farbe der Flüssigkeit nicht verschwinden.

9. Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang, bringt alsdann eine Mischung von 10 ccm Phosphorsäure und 20 ccm Wasser in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

10. Gehaltsbestimmung.

1 g Phosphorsäure wird mit einer Lösung von 5 g Natriumchlorid in 30 ccm Wasser verdünnt und unter Verwendung von Phenolphthaleïn*) als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert. Bis zum

*) Statt Phenolphthaleïn kann man auch Methylorange als Indikator verwenden. In diesem Falle entspricht jedoch 1 ccm Normal-Kalilauge 0.09806 g H_3PO_4, log. 99149. Bei der Titration mit Phenolphthaleïn werden doppelt soviel Kubikzentimeter verbraucht als bei Anwendung von Methylorange.

Eintritt der Rotfärbung sollen mindestens 17 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.04903 g Phosphorsäure, log. 69046.

2. Phosphorsäure vom spez. Gew. 1.12.

Klare, farb- und geruchlose Flüssigkeit vom spez. Gew. 1.12. Die Säure enthält ca. 20 % Orthophosphorsäure.

Die Prüfungen werden ausgeführt wie bei Phosphorsäure vom spez. Gew. 1.70 beschrieben wurde, und zwar sind für 1 ccm Phosphorsäure 1.70 4 ccm Phosphorsäure vom spez. Gew. 1.12 zu verwenden.

Phosphorsäure-Anhydrid.
Acidum phosphoricum anhydricum albiss.

P_2O_5. Molekulargewicht 142.08.

Weiße, amorphe, geruchlose Flocken, welche sich in Wasser unter zischendem Geräusch zu Metaphosphorsäure lösen. Im Reagenzglas erhitzt, soll Phosphorsäure-Anhydrid vollständig sublimieren.

Prüfung auf Arsen.

Man bringt 1 g Phosphorsäure-Anhydrid in kleinen Portionen in 20 ccm Wasser und leitet in die Lösung unter Erwärmen Schwefelwasserstoff ein; es darf höchstens eine schwache Gelbfärbung, keineswegs Abscheidung eines gelbgefärbten Niederschlages eintreten.

Phosphor-Molybdänsäure.
Acidum phospho-molybdaenicum cryst.

$2\,H_3PO_4 \cdot 20\,MoO_3 + 48\,H_2O$.

Molekulargewicht 3940.89.

Gelbe, glänzende Kristalle, welche sich in Wasser leicht und vollständig zu einer sauer reagierenden Flüssigkeit lösen.

Prüfung auf Löslichkeit, Schwermetalle und Erden.

1 g Phosphor-Molybdänsäure soll sich in 10 ccm Wasser bei gelindem Erwärmen vollständig lösen. Diese Lösung scheidet nach Zusatz von 2 oder 3 Tropfen Ammoniaklösung einen gelben Niederschlag ab, welcher nach Zusatz von 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) vollständig in Lösung geht. Versetzt man diese Flüssigkeit mit Schwefelammoniumlösung, so darf höchstens schwache Grünfärbung, keineswegs Abscheidung eines Niederschlages eintreten. Durch Zusatz von Ammoniumoxalatlösung soll keine Veränderung eintreten.

Phosphor-Wolframsäure,
frei von Ammoniak und Salpetersäure.
Acidum phospho-wolframicum.

$(P_2O_5 \cdot 20 WO_3 \cdot 11 H_2O) + 16 H_2O$.

Molekulargewicht 5268.51.

Kleine, weiße oder schwach gelblichgrün gefärbte Kristalle, die sich leicht in Wasser lösen.

1. Prüfung auf Nitrat.

Man versetzt die Lösung von 1 g Phosphorwolframsäure in 10 ccm Wasser mit einem Kriställchen Natriumchlorid, 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und hierauf mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure. Die blaue Farbe dieser Mischung darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

2. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Wird die Lösung von 1 g Phosphorwolframsäure in 10 ccm Wasser mit 5 ccm Natronlauge (1.3) erwärmt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches mit Hilfe von feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

Anmerkung: Über eine Methode zur quantitativen Analyse von Phosphorwolframsäure siehe F. Kehrmann, B. B. 1887, Band I, S. 1813.

Pikrinsäure.
Acidum picronitricum cryst.

$\overset{I}{C_6} \overset{II}{H_2} \overset{IV}{(OH)} \overset{VI}{(NO_2)_3}$. Molekulargewicht 229.05.

Blaßgelbe, glänzende Kristalle, die bei 122.5° schmelzen und sich in 100 Teilen kaltem Wasser und ca. 30 Teilen siedendem Wasser lösen. Pikrinsäure ist ferner löslich in 15 Teilen Alkohol, 20 Teilen Benzol und 75 Teilen Äther.

1. Prüfung auf wasserunlösliche Verunreinigungen und Harze.

   1 g Pikrinsäure soll sich in 100 ccm Wasser vollständig und klar lösen; versetzt man die Lösung mit 1 oder 2 Tropfen verdünnter Schwefelsäure, so darf nach 15stündigem Stehen keine Abscheidung erfolgt sein. Beim Filtrieren der Flüssigkeit soll auf dem Filter Harz nicht zurückbleiben.

2. Prüfung auf in Benzol unlösliche Verunreinigungen (Pikrate von Kalium, Natrium und Ammonium)*).

   1 g Pikrinsäure soll sich in 20 ccm Benzol vollständig und klar lösen.

3. Prüfung auf Oxalsäure.

   Die Lösung von 1 g Pikrinsäure in 100 ccm Wasser, mit Calciumchloridlösung versetzt, darf nach zweistündigem Stehen keine Abscheidung von Calciumoxalat zeigen.

4. Prüfung auf freie und kombinierte Schwefelsäure.

   Man versetzt 2 g Pikrinsäure mit 10 ccm Salpetersäure (1.4) und dampft auf dem Wasserbade zur Trockene ein. Den Rückstand löst man in 100 ccm

*) Eine Prüfung der Pikrinsäure auf Ammoniak durch Erwärmen mit Natronlauge ist nicht ausführbar, da die Pikrinsäure unter diesen Umständen eine Zersetzung unter Ammoniakentwicklung erleidet.

siedendem Wasser unter Zusatz von 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152), läßt erkalten, filtriert und versetzt das Filtrat mit Baryumnitratlösung; eine Trübung darf nicht sofort eintreten.

5. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

Wird 1 g Pikrinsäure in einer Platinschale mit einigen Tropfen Paraffinöl oder Glycerin durchfeuchtet und hierauf bei kleiner Flamme verbrannt, so darf nicht mehr als 0.001 g Rückstand hinterbleiben.

6. Gehaltsbestimmung.

Eine Lösung von 1 g Pikrinsäure in 100 ccm warmem Wasser wird unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.04581 g Pikrinsäure, log. 66096.

Platin.
Platinum metallicum.

Pt. Atomgewicht 195.2.

Das Platin kommt in kompaktem Zustand, als Blech oder Draht, dann in fein verteiltem Zustand, als Platinschwamm und Platinmohr in den Handel. Das metallische Platin ist silberweiß, der Platinschwamm stellt eine graue, schwammige Masse, der Platinmohr ein schwarzes Pulver dar.

Zur Prüfung löst man 1 g Platin in Königswasser, dampft die Lösung auf dem Wasserbade zur Trockene ein und verwandelt das zurückgebliebene Platinchlorid durch starkes Glühen in Platinschwamm. Behandelt man letzteren mit verdünnter Salpetersäure (1.150—1.152) und filtriert, so darf das Filtrat nach dem Eindampfen nur Spuren von Rückstand hinterlassen.

Prüfung auf Silber.

Platin wird in Königswasser gelöst und die Lösung auf dem Wasserbade eingedampft. Der Abdampfrückstand wird in Wasser gelöst; ein weißer Rückstand darf nicht bleiben.

Anmerkung. Über die Herstellung und Beurteilung von reinem Platin siehe F. Mylius und F. Foerster, B. B. 1892, S. 665.

Platinchlorid.
Platinchlorid-Chlorwasserstoff.
Platinum chloratum.

$PtCl_4 + 2HCl + 6H_2O$. Molekulargewicht 518.08.

Braunrote, kristallinische, sehr hygroskopische Salzmasse, welche sich in Wasser, Alkohol und Äther mit gelber Farbe löst. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Löslichkeit in absolutem Alkohol.

   1 g Platinchlorid soll sich in 10 ccm absolutem Alkohol vollständig und klar lösen.

   Ebenso ist Platinchlorid in Wasser klar löslich; diese Lösung sei rein gelb und nicht rot oder dunkelbraun, was auf Anwesenheit von Platinchlorür oder Iridium hindeuten würde.

2. Prüfung des Glührückstandes auf in Salpetersäure lösliche Verunreinigungen.

   2 g Platinchlorid werden stark geglüht, wobei 0.752 g Rückstand bleiben sollen. Der zurückbleibende Platinschwamm wird mit verdünnter Salpetersäure [5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und 20 ccm Wasser] auf dem Wasserbade eine Viertelstunde digeriert; sodann filtriert man, dampft das Filtrat auf dem Wasserbade ein und glüht den Abdampfrückstand. Der Glührückstand darf nicht mehr als 0.005 g betragen.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Platinchlorid in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung und 3stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf Nitrat.

Mischt man 2 ccm der wässerigen Lösung (1:10) mit 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure und überschichtet diese Mischung mit 2 ccm Ferrosulfatlösung, so darf an der Berührungsfläche der beiden Flüssigkeiten keine braunrote Zone entstehen.

5. Prüfung auf Baryumsalz.

Die wässerige Lösung des Platinchlorids (1:20) darf nach Zusatz von einigen Tropfen Schwefelsäure auch nach 3stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

6. Gehaltsbestimmung.

Man löst 0.5 g Platinchlorid in 50 ccm Wasser und erhitzt diese Lösung mit 10 ccm Natronlauge (1.3) und 2 g Chloralhydrat auf dem Wasserbade, bis das Platinchlorid vollkommen reduziert ist. Man sammelt den Niederschlag auf einem Filter, wäscht mit Wasser aus, bis das Waschwasser nicht mehr alkalisch reagiert, trocknet, verascht das Filter, glüht bis zur Gewichtskonstanz und wägt als Pt. Der Gehalt an Platin beträgt annähernd 37.5 %.

Poirriersblau C4B.

Poirriersblau C 4 B ist das Ammoniumsalz der Triphenylrosanilintrisulfosäure.

Dunkelblaues Pulver, löslich in Wasser und Alkohol.

Als Indikator*) verwendet man eine Lösung von 0.2 g Poirriersblau in 100 ccm Wasser.

*) Poirriersblau ist sehr säureempfindlich und eignet sich daher sehr gut zur Titration von Salzen schwacher Basen, z. B. von Alkaloid-

Prüfung auf Empfindlichkeit.

Zu 45 ccm absolutem Alkohol, der sich in einer Glasstöpselflasche von 50 ccm Inhalt befindet, fügt man 3—5 Tropfen Poirriersblaulösung und sodann tropfenweise $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge, nach jedem Tropfen kräftig umschüttelnd, bis die blaue Farbe in Rot übergegangen ist. Setzt man nun 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure zu, so soll die rote Farbe in Blau umschlagen; nach weiterem Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge soll die rote Farbe wiederkehren.

Pyrogallussäure.
Pyrogallol. Acidum pyrogallicum bisublimatum.

$C_6H_3\overset{1.2.3.}{(OH)_3}$. Molekulargewicht 126.05.

Weiße, glänzende Nadeln oder Blättchen, welche sich in 1.7 Teilen Wasser, 1.5 Teilen Alkohol und 1.5 Teilen Äther lösen. In Benzol, Chloroform und Schwefelkohlenstoff ist Pyrogallussäure schwer löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier schwach sauer. Schmelzpunkt des bei 100° getrockneten Präparates 131°.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

   1 g Pyrogallol soll sich beim Erhitzen verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

2. Prüfung auf Gallussäure.

   2 g Pyrogallol sollen sich in 5 ccm Äther (0.72) vollkommen klar auflösen.

---

salzen, welche sich in alkoholischer Lösung dem Indikator gegenüber wie eine freie Säure verhalten. Z. f. angew. Ch. 1903, S. 469. Siehe ferner Z. f. analyt. Ch. 1888, S. 38.

Quarzsand,
gewaschen und geglüht.

1. Prüfung auf in Salzsäure lösliche Bestandteile.

   Eine Mischung von 20 ccm Salzsäure (1.124 bis 1.126) und 100 ccm Wasser wird mit 20 g Quarzsand ungefähr 4 Stunden unter häufigem Umschütteln auf dem Wasserbade erwärmt und filtriert. 50 ccm des Filtrats werden eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht; das Gewicht des Glührückstandes darf nicht mehr als 0.001 g betragen.

2. Prüfung auf Chloride.

   Werden 20 ccm Wasser mit 1 g Quarzsand geschüttelt, filtriert und mit Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens schwache Opaleszenz eintreten.

3. Prüfung auf flüchtige Bestandteile.

   5 g Quarzsand dürfen beim Glühen nicht mehr als 0.001 g an Gewicht verlieren.

Quecksilber.
Hydrargyrum vivum bidestillat.

Hg. Atomgewicht 200.6.

Flüssiges, silberweißes Metall, welches bei ungefähr —39° erstarrt und bei ungefähr 357° siedet. Spezifisches Gewicht 13.56.

Prüfung auf fremde Metalle.

Quecksilber soll eine glänzende Oberfläche haben, die auch beim Schütteln mit reiner Luft nicht verändert wird.

Werden 20 g Quecksilber in einem Porzellanschälchen erhitzt (Vorsicht!), so darf kein wägbarer Rückstand bleiben.

In Salpetersäure muß sich Quecksilber ohne Rückstand lösen.

Kocht man 5 g Quecksilber mit 5 ccm Wasser und 4.5 g Natriumthiosulfat in einem Probierrohre ungefähr 1 Minute lang, so darf das Quecksilber seinen Glanz nicht verlieren und höchstens einen schwach gelblichen Stich annehmen.

Quecksilberchlorid.
Hydrargyrum bichloratum corrosivum.

$HgCl_2$. Molekulargewicht 271.52.

Weiße, durchscheinende, prismatische Kristalle oder weißes Pulver.

Quecksilberchlorid löst sich in 16 Teilen kaltem, in 3 Teilen siedendem Wasser, in 3 Teilen Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) und in etwa 17 Teilen Äther*) (0.720). Die wässerige Lösung (1:20) reagiert gegen Lackmuspapier sauer; nach genügendem Zusatz von Natriumchlorid jedoch neutral.

1. Prüfung auf Ammoniumsalze.

   Wird die wässerige Lösung 1:20 mit Natronlauge erwärmt, so darf Ammoniak nicht entwickelt werden.

2. Prüfung auf durch Schwefelwasserstoff nicht fällbare Verunreinigungen.

   Man leitet in die Lösung von 5 g Quecksilberchlorid in 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124 — 1.126) Schwefelwasserstoff ein, bis das Quecksilber vollständig gefällt ist und filtriert; das Filtrat wird ungefähr auf die Hälfte des ursprünglichen Volumens eingedampft und der ausgeschiedene Schwefel abfiltriert. Wird dieses Filtrat verdampft, so darf kein wägbarer Rückstand hinterbleiben.

---

*) Die Löslichkeit des Quecksilberchlorids in Äther ist abhängig vom Alkoholgehalt des Äthers.

3. Prüfung auf Arsen.

Wird das bei der Prüfung 2. erhaltene Schwefelquecksilber mit einer Mischung von 5 ccm Ammoniaklösung und 45 ccm Wasser geschüttelt, so darf das Filtrat nach dem Ansäuern mit Salzsäure weder eine gelbe Farbe zeigen, noch darf Abscheidung eines gelben Niederschlages eintreten.

4. Prüfung auf Quecksilberchlorür und andere in Äther unlösliche Verunreinigungen.

1 g gepulvertes Quecksilberchlorid soll sich in 25 ccm Äther (0.720) vollständig lösen.

5. Gehaltsbestimmung.

Die Lösung von 1 g Quecksilberchlorid in 50 ccm Wasser wird unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator mit $^1/_2$ Normal-Kaliumcyanidlösung titriert*).

1 ccm $^1/_2$ Normal-Kaliumcyanidlösung = 0.06788 g Quecksilberchlorid, log. 83174.

Quecksilbernitrat.
Merkuronitrat.
Hydrargyrum nitricum oxydulatum cryst.

$Hg_2(NO_3)_2 + 2H_2O$. Molekulargewicht 561.25.

Farblose, monokline Tafeln oder Säulen, welche sich in etwa 2 Teilen warmem Wasser zu einer klaren, sauer reagierenden Flüssigkeit lösen. Durch viel Wasser findet Zersetzung der Lösung unter Abscheidung eines hellgelben Niederschlages statt. Am besten wird Merkuronitrat in salpetersäurehaltigem Wasser gelöst.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

2 g Merkuronitrat dürfen beim Erhitzen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

---

*) E. Rupp, Apoth.-Ztg. 1909, S. 939 oder Chem.-Ztg. 1908, S. 1078. $HgCl_2 + 2KCN = Hg(CN)_2 + 2KCl$.

2. Prüfung auf Oxydsalz.

Die Lösung von 1 g Merkuronitrat in einer Mischung von 5 ccm Wasser und 3–5 Tropfen Salpetersäure (1.150–1.152) wird mit 15 ccm Wasser verdünnt, mit 1 ccm Salzsäure (1.124–1.126) versetzt und filtriert; das Filtrat darf nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser nur Spuren eines Niederschlages zeigen.

3. Gehaltsbestimmung.

1 g Merkuronitrat wird in einem Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt in 25 ccm Salpetersäure (1.150 bis 1.152) gelöst; die Lösung wird mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung versetzt, bis eine mehrere Minuten beständige Rotfärbung oder Abscheidung brauner Flocken auftritt, sodann durch Zusatz von gepulvertem Ferrosulfat entfärbt und geklärt und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. 20 ccm der Lösung werden nach Zusatz von 5 ccm einer kalt gesättigten Ferriammoniumsulfatlösung mit $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung = 0.014031 g Merkuronitrat, log. 14703.

Quecksilberoxyd, gelbes.
Hydrargyrum oxydatum flavum via hum. parat.

HgO. Molekulargewicht 216.6.

Gelbes, amorphes Pulver, in Wasser fast unlöslich, dagegen in verdünnter Salz- oder Salpetersäure leicht löslich. Gelbes Quecksilberoxyd verwandelt sich beim Schütteln mit Oxalsäurelösung allmählich in ein weißes, kristallinisches Pulver.

Die Prüfungen auf Chlorid, Sulfat, Nitrat und nicht flüchtige Verunreinigungen, sowie die Gehaltsbestimmung werden ausgeführt wie bei rotem Quecksilberoxyd angegeben ist.

Quecksilberoxyd, rotes.
Hydrargyrum oxydatum rubr. praep.

Hg O. Molekulargewicht 216.6.

Gelblichrotes, kristallinisches Pulver, in Wasser fast unlöslich. Rotes Quecksilberoxyd löst sich in verdünnter Salpetersäure leicht zu einer klaren, in verdünnter Salzsäure zu einer höchstens schwach getrübten Flüssigkeit.

1. Prüfung auf gelbes Quecksilberoxyd.

   Wird 1 g Quecksilberoxyd mit 10 ccm Oxalsäurelösung (1:10) innerhalb einer Stunde häufig geschüttelt, so darf es keine wesentliche Farbenveränderung erleiden.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 1 g Quecksilberoxyd in 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und 15 ccm Wasser darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 1 g Quecksilberoxyd in 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) und 15 ccm Wasser darf durch Baryumnitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Nitrat.

   Wird eine Mischung von 1 g Quecksilberoxyd, 2 ccm Wasser und 2 ccm Schwefelsäure (1.84) nach dem Erkalten mit Ferrosulfatlösung überschichtet, so darf sich an der Berührungsfläche der beiden Schichten keine gefärbte Zone bilden.

5. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   2 g Quecksilberoxyd dürfen beim Erhitzen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

6. Gehaltsbestimmung.

   a) Man schüttelt eine Lösung von 2 g Kaliumjodid in 20 ccm Wasser mit 0.25 g Quecksilber-

oxyd, bis dasselbe vollständig in Lösung gegangen ist und titriert nach Zusatz von 2 Tropfen Methylorange als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure = 0.01083 g Quecksilberoxyd, log. 03463.

b) 1 g Quecksilberoxyd wird in einem Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt in 25 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) gelöst und die Lösung mit Wasser auf 100 ccm verdünnt. 20 ccm der Lösung werden nach Zusatz von 5 ccm einer kalt gesättigten Ferriammoniumsulfatlösung mit $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung = 0.01083 g Quecksilberoxyd, log. 03463.

Resorcin.
Resorcinum resublimat. albiss.

$C_6H_4\overset{1,3}{(OH)_2}$. Molekulargewicht 110.05.

Farblose Kristalle von kaum merkbarem, eigenartigem Geruch, die sich in 1 Teil Wasser und 1 Teil Alkohol lösen. Resorcin ist ferner leicht löslich in Äther und Glycerin, hingegen schwer in Chloroform und Schwefelkohlenstoff. Resorcin verflüchtigt sich beim Erwärmen und schmilzt bei 110 – 111°. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

1 g Resorcin soll sich beim Erhitzen verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

2. Prüfung auf Diresorcin und Phenol.

1 g Resorcin soll sich in 20 ccm Wasser klar auflösen; diese Lösung darf beim Erwärmen nicht nach Phenol riechen.

3. Prüfung auf freie Säuren; z. B. Salicylsäure.

Die durch einen Tropfen Lackmoidlösung weinrot gefärbte Lösung von 1 g Resorcin in 10 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) soll auf Zusatz von 1 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge eine blaue Farbe annehmen.

4. Gehaltsbestimmung.

Man versetzt in einer Flasche mit Glasstopfen 10 ccm einer Lösung von 1.5 g Resorcin in 500 ccm Wasser mit 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumbromid-Bromatlösung*) und 5 ccm Salzsäure (1.124–1.126) und läßt diese Mischung unter Umschütteln 5 Minuten lang stehen. Darauf gibt man unter schnellem Lüften des Stopfens 2 g Kaliumjodid zu, verdünnt nach tüchtigem Umschütteln mit 100 ccm Wasser und titriert nach 2–3 Minuten das in Freiheit gesetzte Jod mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung. Nebenher führt man einen blinden Versuch aus und bringt von den hierbei verbrauchten ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung die bei der Titration verbrauchten ccm in Abzug.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumbromid-Bromatlösung = 0.0018341 g $C_6H_4(OH)_2$, log. 26343.

Rosolsäure.
Korallin. Acidum rosolicum.

$C_{20}H_{16}O_3$. Molekulargewicht 304.23.

Spröde, amorphe, rotbraune, metallischglänzende Stücke, welche in Wasser fast unlöslich, in Alkohol leicht löslich sind.

Als Indikator verwendet man eine Lösung von 0.5 g Rosolsäure in 50 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) und 50 ccm Wasser.

---

*) $^1/_{10}$ Normal-Kaliumbromid-Bromatlösung enthält im Liter 2.7837 g Kaliumbromat und 12 g Kaliumbromid.

Prüfung auf Empfindlichkeit.

Man versetzt 100 ccm destilliertes Wasser mit 2 oder 3 Tropfen der Rosolsäurelösung. Auf Zusatz von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge soll die schwach gelbe Farbe des Wassers in Rosarot umschlagen, und durch weiteres Zufügen von 0.05 ccm $^1/_{10}$ Normal-Salzsäure soll die ursprüngliche Farbe wiederkehren.

Salpetersäure.
Acidum nitricum.

HNO_3. Molekulargewicht 63.02.

1. Salpetersäure 1.20*).

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.20, welche ca. 33% HNO_3 enthält.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm Salpetersäure sollen nach dem Verdampfen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

2. Prüfung auf Arsen.

   100 ccm Salpetersäure werden nach Zusatz von 5 ccm arsenfreier Schwefelsäure (1.84) auf dem Wasserbade soweit wie möglich eingedampft und der Rückstand auf dem Sandbade bis zur beginnenden Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen erhitzt. Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und spült alsdann den mit 20 ccm Wasser verdünnten Abdampfrückstand in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

---

*) Tabelle der Volumgewichte von Salpetersäuren verschiedener Konzentration bei 15° C. siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 7. Auflage, Band I, S. 807.

3. Prüfung auf Schwefelsäure.

10 ccm Salpetersäure werden mit 90 ccm Wasser verdünnt und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgt sein.

4. Prüfung auf Halogenwasserstoffsäuren.

20 ccm Salpetersäure mit 80 ccm Wasser verdünnt, dürfen durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

5. Prüfung auf Schwermetalle und Erden.

20 ccm Salpetersäure werden mit 80 ccm Wasser verdünnt und mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion versetzt. Nach Zufügen von einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung und Ammoniumoxalatlösung darf weder eine dunkle Farbe noch eine Trübung entstehen.

6. Prüfung auf Jodsäure.

Werden 5 ccm Salpetersäure mit 10 ccm Wasser verdünnt und mit einem Stückchen Zink versetzt, so darf, wenn man die Flüssigkeit nach etwa einer Minute mit Chloroform schüttelt, dieses nicht violett gefärbt werden.

7. Gehaltsbestimmung.

5 g Salpetersäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.06302 g Salpetersäure, log. 79948.

2. Salpetersäure 1.30*).

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.30, welche ca. 47% HNO_3 enthält.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie bei Salpetersäure 1.20 beschrieben wurde, jedoch sollen anstatt

*) Tabelle der Volumgewichte von Salpetersäuren verschiedener Konzentration bei 15° C. siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 7. Auflage, Band I, S. 807.

10 ccm Salpetersäure (1.20) 7.5 ccm Salpetersäure 1.30 verwendet werden.

3. Salpetersäure 1.40*).

Klare, farblose oder gelblich gefärbte Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.40, welche ca. 65 % HNO_3 enthält.

Die Prüfungen werden ausgeführt, wie bei Salpetersäure 1.20 beschrieben wurde, jedoch sollen anstatt 10 ccm Salpetersäure (1.20) 5 ccm Salpetersäure 1.40 verwendet werden.

4. Salpetersäure 1.150—1.152*).

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.150—1.152, welche ca. 25 % HNO_3 enthält.

Die Prüfungen sind auszuführen, wie bei Salpetersäure 1.20 beschrieben wurde, jedoch sollen für 10 ccm Salpetersäure (1.20) 13 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) verwendet werden.

5. Salpetersäure, rauchende, Spez. Gew. über 1.520*).

Farblose oder schwach gelblich gefärbte Flüssigkeit, welche sich am Licht bald rotbraun färbt und sodann erstickende, gelbrote Dämpfe ausstößt**). Spez. Gew. über 1.520.

Die Prüfungen mit Ausnahme von 2. und 3. sind auszuführen, wie bei Salpetersäure 1.20 beschrieben wurde, jedoch sollen für 10 ccm Salpetersäure (1.20) 3 ccm rauchende Salpetersäure verwendet werden.

Prüfung auf Schwefelsäure.

10 ccm Salpetersäure werden mit 90 ccm Wasser verdünnt und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 15stündigem Stehen darf eine Abscheidung von Baryumsulfat nicht erfolgt sein.

---

*) Tabelle der Volumgewichte von Salpetersäuren verschiedener Konzentration bei 15° C. siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 7. Auflage, Band I, S. 807.

**) Bestimmung der Untersalpetersäure siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Aufl., Band I, S. 806.

6. Salpetersäure, rohe 1.380—1.400*).

Klare, farblose oder gelblich gefärbte Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.380—1.400.

100 Teile enthalten 61 bis 65 Teile HNO_3.

Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

5 ccm roher Salpetersäure sollen nach dem Verdampfen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

Salzsäure.
Chlorwasserstoffsäure.
Acidum hydrochloricum.

HCl. Molekulargewicht 36.47.

1. Salzsäure, rauchende, vom spez. Gewicht 1.19.
Acidum hydrochloricum fumans 1.19.

Klare, farblose, an der Luft rauchende Flüssigkeit. Spezifisches Gewicht 1.19**).

100 Teile dieser Säure enthalten ca. 37 Teile Chlorwasserstoff.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   20 ccm Salzsäure sollen, in einer Platinschale auf dem Wasserbade verdampft, keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

   80 ccm Salzsäure werden in einer Platinschale auf dem Wasserbade bis auf ca. 5 ccm eingedampft. Der Rest wird mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit Baryumchloridlösung versetzt; nach 15 Stunden darf keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

---

*) Tabelle der Volumgewichte von Salpetersäuren verschiedener Konzentration bei 15° C. siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 7. Auflage, Band I, S. 807.

**) Tabelle der Volumgewichte von Salzsäuren verschiedener Konzentration nach Lunge und Marchlewski siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 7. Aufl., Bd. I. Seite 903.

3. Prüfung auf schweflige Säure.

50 ccm Wasser werden mit 1 Tropfen $^{1}/_{10}$ Normal-Jodlösung und einigen Tropfen Stärkelösung blau gefärbt. Zu dieser Flüssigkeit fügt man eine Mischung von 5 ccm der zu prüfenden Salzsäure und 50 ccm Wasser. Beim Umschütteln darf die Flüssigkeit nicht entfärbt werden.

4. Prüfung auf Chlor.

5 ccm Salzsäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit 2 ccm Jodzinkstärkelösung versetzt. Eine Blaufärbung der Flüssigkeit darf innerhalb 10 Minuten nicht eintreten.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

a) Man verdünnt 20 ccm Salzsäure mit 200 ccm Wasser, erwärmt die Flüssigkeit auf ca. 70° und leitet Schwefelwasserstoff ein; es darf keine Veränderung eintreten.

b) 20 ccm Salzsäure werden mit 20 ccm Wasser verdünnt, mit 50 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung versetzt; es darf weder eine dunkle Färbung, noch Abscheidung eines Niederschlags eintreten.

c) 5 ccm Salzsäure, mit 20 ccm Wasser verdünnt, dürfen nach Zusatz von einigen Tropfen Kaliumrhodanidlösung keine rötliche Färbung zeigen.

6. Prüfung auf Kalk.

Werden 20 ccm Salzsäure mit 20 ccm Wasser verdünnt, mit 50 ccm Ammoniaklösung (0.96) und Ammoniumoxalatlösung versetzt, so darf nach zweistündigem Stehen Abscheidung eines Niederschlages nicht erfolgt sein.

7. Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und arsenfreier, verdünnter Schwe-

felsäure (1:5) in Gang und bringt sodann eine Mischung von 100 ccm Salzsäure (1.19) und 100 ccm Wasser in kleinen Portionen in den Entwicklungskolben. Nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre höchstens ein sehr geringer Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

8. Gehaltsbestimmung.

Werden 3 g Salzsäure mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Normal-Kalilauge unter Anwendung von Methylorange als Indikator titriert, so sollen mindestens 30.5 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.03647 g Chlorwasserstoff, log. 56 194.

2. Salzsäure, 1.19, rauchende, arsenfrei, für forensische Zwecke.

Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt sodann eine Mischung von 100 ccm Salzsäure (1.19) und 100 ccm Wasser in kleinen Portionen in den Entwicklungskolben. Nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

Im übrigen entspricht diese Sorte inbezug auf Reinheit den auf S. 319 und 320 angegebenen Prüfungen.

3. Verdünnte Salzsäure vom spez. Gewicht 1.124-1.126.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.124—1.126*).

100 Teile dieser Säure enthalten ca. 25 Teile Chlorwasserstoff.

---

*) Tabelle der Volumgewichte von Salzsäuren verschiedener Konzentration nach Lunge und Marchlewski siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 7. Aufl., Bd. I, S. 903.

Die Prüfung wird ausgeführt, wie für Salzsäure 1.19 vorgeschrieben wurde, jedoch sind für 10 ccm Salzsäure 1.19 15 ccm der Säure vom spezifischen Gewicht 1.124-1.126 zu verwenden.

Gehaltsbestimmung.

5 g Salzsäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Normal-Kalilauge unter Anwendung von Methylorange als Indikator titriert; es sollen hierzu mindestens 33.3 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.03647 g Chlorwasserstoff, log. 56 194.

Schwefelammoniumlösung
siehe
Ammoniumsulfid in Lösung.

Schwefelkohlenstoff.
Alcohol sulfuris.

CS_2. Molekulargewicht 76.14.

Klare, farblose, neutrale Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.270 – 1.272. Siedepunkt 46 – 47°. Schwefelkohlenstoff ist unlöslich in Wasser, mit absolutem Alkohol und Äther in jedem Verhältnis mischbar.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

Verdunstet man 50 ccm Schwefelkohlenstoff auf dem Wasserbade, so darf kein wägbarer Rückstand bleiben*).

---

*) Unter dem Einfluß des Lichtes wird der Schwefelkohlenstoff gelblich und hinterläßt dann beim Verflüchtigen einen geringen Rückstand.

2. Prüfung auf Schwefelwasserstoff, bzw. fremde organische Schwefelverbindungen.

Schüttelt man 10 ccm Schwefelkohlenstoff mit Bleicarbonat, so darf letzteres nicht gebräunt werden.

Werden 2 ccm Schwefelkohlenstoff in einem trockenen Glase mit einem Tröpfchen blankem, metallischem Quecksilber geschüttelt, so darf das letztere sich nicht mit einer dunklen, pulverigen Haut überziehen.

3. Prüfung auf Schwefelsäure und schweflige Säure.

Schüttelt man 10 ccm Schwefelkohlenstoff mit 5 ccm Wasser, so darf letzteres blaues Lackmuspapier weder röten noch entfärben.

Schwefelsäure.
Acidum sulfuricum.

H_2SO_4. Molekulargewicht 98.09.

1. Schwefelsäure 1.84*).

Klare, farblose, ölige Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.84. Die Säure enthält 95—96% H_2SO_4.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

10 ccm Schwefelsäure sollen nach dem Verdampfen und Glühen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

2. Prüfung auf Salpetersäure.

Man verdünnt 1 ccm Schwefelsäure mit 9 ccm Wasser und schichtet diese Flüssigkeit auf 5 ccm Diphenylaminlösung**). An der Berührungsfläche

*) Tabelle der spezifischen Gewichte von Schwefelsäuren verschiedener Konzentration nach Lunge, Isler, und Naef siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage, Band I, S. 828.

**) Siehe Anmerkung bei Diphenylamin.

der beiden Schichten darf eine blaue Zone nicht entstehen.

3. Prüfung auf Selen.

Man löst 0.01 g Codeinphosphat in 10 ccm Schwefelsäure; es darf innerhalb 3 Minuten keine Grünfärbung auftreten.

4. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Verunreinigungen (salpetrige Säure, schweflige Säure).

15 ccm Schwefelsäure werden mit 60 ccm Wasser verdünnt und durch 1 Tropfen $^{1}/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung rosa gefärbt. Diese Färbung soll innerhalb 3 Minuten nicht verschwinden.

5. Prüfung auf Halogenwasserstoffsäuren.

2 ccm Schwefelsäure werden mit 30 ccm Wasser verdünnt; diese Flüssigkeit soll durch einige Tropfen Silbernitratlösung nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Blei.

10 ccm Schwefelsäure sollen nach dem vorsichtigen Verdünnen mit 50 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) nicht getrübt werden; nach zweistündigem Stehen soll eine Abscheidung von Bleisulfat nicht erfolgt sein.

7. Prüfung auf Schwermetalle und Kalk.

a) 10 ccm Schwefelsäure werden mit 50 ccm Wasser verdünnt und mit Ammoniaklösung im Überschuß versetzt. Nach Zusatz von einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung und Ammoniumoxalatlösung darf weder eine grüne Färbung noch eine Trübung eintreten.

b) 20 ccm Schwefelsäure werden mit 100 ccm Wasser verdünnt; diese Flüssigkeit darf beim Einleiten von Schwefelwasserstoff weder eine braune Färbung annehmen, noch darf Abscheidung eines Niederschlages eintreten.

8. Prüfung auf Ammoniumsalze.

2 ccm Schwefelsäure werden mit 30 ccm Wasser verdünnt, mit einer Lösung von Kaliumhydroxyd*) in Wasser (1:6) bis zur alkalischen Reaktion und mit 10—15 Tropfen Neßlers Reagenz versetzt; es darf höchstens schwach gelbe, keineswegs jedoch braunrote Färbung oder Fällung eintreten.

9. Prüfung auf Arsen**).

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang. Sobald die Luft aus dem Apparat verdrängt ist, erhitzt man die Reduktionsröhre zum Glühen und läßt sodann eine erkaltete Mischung von 30 ccm der zu prüfenden Schwefelsäure (1.84) und 150 ccm Wasser zufließen. Nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

10. Gehaltsbestimmung.

5 g Schwefelsäure werden mit Wasser auf 50 ccm verdünnt. 10 ccm dieser Flüssigkeit werden unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm Normal-Kalilauge = 0.049043 g Schwefelsäure, log. 69057.

2. Schwefelsäure, 1.110—1.114***).

Farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.110—1.114, welche ca. 16% $H_2 SO_4$ enthält.

---

*) Kaliumhydroxyd reinst.

**) Über den Nachweis und die Bestimmung von Arsen in Schwefelsäure siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage, Band I, S. 842 und 860.

***) Tabelle der spezifischen Gewichte von Schwefelsäuren verschiedener Konzentration nach Lunge, Isler und Naef siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage, Band I, S. 828.

Die Prüfungen werden ausgeführt wie bei Schwefelsäure 1.84 beschrieben wurde, jedoch sollen für 1 ccm Schwefelsäure 1.84 6 ccm verdünnte Schwefelsäure verwendet werden.

Schwefelsäure mit Phosphorsäureanhydrid.

Acidum sulfuricum puriss. cum Acido phosphorico anhydrico.

ca. 10 % P_2O_5 (200 g zu 1 Liter)
15 % „
20 % „

Schwefelsäure mit Phosphorsäureanhydrid für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

1. Prüfung auf Salpetersäure.

Man verdünnt 1 ccm der Lösung von Phosphorsäureanhydrid in Schwefelsäure mit 9 ccm Wasser und schichtet diese Flüssigkeit auf 5 ccm Diphenylaminlösung*). An der Berührungsfläche der beiden Schichten darf keine blaue Zone entstehen.

2. Prüfung auf Ammoniumsalze.

2 ccm der Lösung von Phosphorsäureanhydrid in Schwefelsäure werden mit 30 ccm Wasser verdünnt, mit einer Lösung von Kaliumhydroxyd**) in Wasser (1 : 6) bis zur alkalischen Reaktion und mit 10–15 Tropfen Neßlers Reagenz versetzt; es darf höchstens eine schwach gelbe, keineswegs jedoch braunrote Färbung oder Fällung eintreten.

---

*) Siehe Anmerkung bei Diphenylamin.
**) Kaliumhydroxyd, reinst.

Schwefelsäure, rauchende.
Acidum sulfuricum fumans.

1. Schwefelsäure, rauchende reinste.

Farblose, ölige Flüssigkeit, welche an der Luft raucht. Das Präparat enthält 8—10 % freies Schwefelsäure-Anhydrid (d. i. 83.1—83.5 % Gesamt-SO_3).

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.
   3 ccm rauchende Schwefelsäure sollen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Salpetersäure.
   Man verdünnt 1 ccm rauchende Schwefelsäure mit 9 ccm Wasser und schichtet diese Flüssigkeit auf 5 ccm Diphenylaminlösung*). An der Berührungsfläche der beiden Schichten darf keine blaue Zone entstehen.

3. Prüfung auf Ammoniumsalze.
   Man läßt 2 ccm rauchende Schwefelsäure in 30 ccm Wasser vorsichtig eintropfen und versetzt die Flüssigkeit mit einer Lösung von Kaliumhydroxyd**) in Wasser (1:6) bis zur alkalischen Reaktion; nach Zusatz von 10—15 Tropfen Neßlers Reagenz darf höchstens eine schwach gelbe, keineswegs jedoch braunrote Färbung oder Fällung eintreten.

4. Prüfung auf Halogene.
   Man läßt 1 ccm rauchende Schwefelsäure in 30 ccm Wasser eintropfen; diese Flüssigkeit darf durch einige Tropfen Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

5. Prüfung auf Blei.
   Läßt man 10 ccm rauchende Schwefelsäure in 50 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) vorsichtig ein-

---

*) Siehe Anmerkuug bei Diphenylamin.

**) Kaliumhydroxyd, reinst.

tropfen, so soll eine klare Flüssigkeit erhalten werden, welche nach 2stündigem Stehen keine Abscheidung von Bleisulfat zeigen darf.

6. Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang. Sobald die Luft aus dem Apparat verdrängt ist, erhitzt man die Reduktionsröhre zum Glühen und läßt sodann eine erkaltete Mischung von 10 ccm der zu prüfenden, rauchenden Schwefelsäure und 90 ccm Wasser zufließen. Nach einer Stunde soll ein Anflug von Arsen in der Reduktionsröhre nicht wahrnehmbar sein.

7. Gehaltsbestimmung*).

Man wägt etwa 1 g rauchende Schwefelsäure mit Hilfe einer Kugelhahnpipette von Lunge & Rey oder mit einer Säurepipette nach Berl**) auf der analytischen Wage genau ab und läßt die Säure in ein Porzellanschälchen, welches ca. 10 ccm Wasser enthält, vorsichtig einfließen. Man spült sodann den Inhalt des Schälchens in ein Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt und füllt mit Wasser bis zur Marke auf. Nach tüchtigem Umschütteln werden 25 ccm unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert***).

1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.008007 g Schwefelsäureanhydrid, log. 90347.

---

*) Bei genauen Bestimmungen muß man von der durch Titration ermittelten Acidität dasjenige abziehen, was auf Rechnung von schwefliger Säure kommt. Siehe diesbezüglich Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Aufl., Bd. I, S. 875.

**) Siehe Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage, Band I, S. 870.

***) Um aus dem gefundenen Gehalt an gesamtem SO_3 den Gehalt an freiem SO_3 zu finden, siehe die Tabelle in Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 7. Auflage, Band I, S. 874.

2. Schwefelsäure, rauchende für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl*).

Ölige, bisweilen schwach gefärbte und oft nicht vollständig klare, an der Luft rauchende Flüssigkeit, welche 8—10 % freies Schwefelsäureanhydrid enthält.

1. Prüfung auf Stickstoff.

Man läßt 30 ccm rauchende Schwefelsäure in 100 ccm Wasser einfließen, fügt 3 g Zinkstaub hinzu und läßt die Mischung unter öfterem Umschwenken stehen, bis die Wasserstoffentwicklung aufgehört hat. Sodann wird die Flüssigkeit mit ammoniakfreier Natronlauge (1.3) bis zur stark alkalischen Reaktion versetzt, destilliert und das Destillat in einer Vorlage aufgefangen, welche 10 ccm Wasser und 2—3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure enthält. Das Destillat wird unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Zur Neutralisation des Ammoniaks aus der rauchenden Schwefelsäure dürfen nicht mehr als 0.2 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure erforderlich sein.

2. Gehaltsbestimmung.

Dieselbe wird ausgeführt wie bei Schwefelsäure, rauchende, reinste, beschrieben wurde.

Schwefelsäure, rauchende mit Phosphorsäureanhydrid.

Acidum sulfuricum fumans cum Acido phosphorico anhydrico.

5 % P_2O_5.
10 % „
15 % „
20 % „
25 % „

*) Diese Säure, welche Spuren von Salpetersäure enthält, ist im Preise wesentlich niedriger wie die vorhergehende, vollkommen

Schwefelsäure, rauchende mit Phosphorsäureanhydrid für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

Die Prüfung auf Stickstoff wird ausgeführt wie bei rauchender Schwefelsäure für Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl beschrieben wurde. Siehe die Anmerkung daselbst.

Schwefelsäureanhydrid.
Acidum sulfuricum anhydricum.

SO_3. Molekulargewicht 80.07.

Lange, durchsichtige, farblose Prismen, die bei 15° zu einer klaren, öligen, bei 46° siedenden Flüssigkeit schmelzen. Bei längerer Aufbewahrung bei einer Temperatur unterhalb 25° polymerisiert das Schwefelsäureanhydrid zu einer Modifikation, welche lange, seidenglänzende, verfilzte Nadeln bildet, die erst über 50° schmelzen; höher erhitzt, geht die polymere Verbindung wieder in dampfförmiges Trioxyd über, welches sich zu der bei 46° siedenden, bei 15° erstarrenden Form verdichten läßt.

Anmerkung. Über die Gehaltsbestimmung des Schwefelsäureanhydrids siehe die Angabe bei rauchender Schwefelsäure, ferner Zeitschr. f. analyt. Ch. 1898, S. 209. — Rosenlecher: „Zur Gehaltsbestimmung der rauchenden Schwefelsäure und des Schwefelsäureanhydrids.“

Schwefelwasserstoffwasser.
Aqua hydrosulfurata.

Klare, farblose Flüssigkeit, welche kräftig nach Schwefelwasserstoff riecht und auf Zusatz von Eisen-

---

stickstoffreie Säure. Sie dürfte sich für solche Laboratorien sehr eignen, deren Bedarf an rauchender Schwefelsäure für Stickstoffbestimmungen nach Kjeldahl ein erheblicher ist. Für genaue Stickstoffbestimmungen ist es aber nötig, den Gehalt an Stickstoff durch einen blinden Versuch in der oben beschriebenen Weise festzustellen.

chloridlösung reichliche Ausscheidung von Schwefel gibt. Schwefelwasserstoffwasser reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

Prüfung auf Eisen.

Schwefelwasserstoffwasser darf durch Zusatz von Ammoniaklösung nicht verändert werden

---

Schweflige Säure, in wässriger Lösung. Acidum sulfurosum solutum.

SO_2. Molekulargewicht 64.07.

Klare, farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.029—1.035, welche blaues Lackmuspapier zuerst rötet und sodann bleicht.

Die Flüssigkeit enthält ca. 6 % SO_2.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 ccm schweflige Säure sollen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Gehaltsbestimmung.

   Man wägt 10 g schweflige Säure in ein Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt und füllt mit ausgekochtem Wasser bis zur Marke auf. Von dieser Flüssigkeit läßt man aus einer Bürette unter beständigem Umschütteln in 30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung einfließen, bis Entfärbung eintritt. Dazu sollen nicht mehr als 16.2 ccm der Säurelösung erforderlich sein.

   1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0032035 g schweflige Säure, log. 50562.

Würfel zur Entwicklung von schwefliger Säure.

Würfelähnliche Stücke, die mindestens 30 % schweflige Säure enthalten.

Gehaltsbestimmung.

Man bringt 1 g der fein gepulverten Würfel und 5 g wasserfreies Natriumcarbonat in ein Meß-

kölbchen von 100 ccm Inhalt, fügt 50 ccm Wasser hinzu und kocht die Mischung etwa 10 Minuten lang. Nach dem Erkalten füllt man bis zur Marke auf, filtriert und läßt vom Filtrat aus einer Bürette unter beständigem Umschütteln in eine Mischung von 30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung und 10 ccm Salzsäure (1.124–1.126) einfließen, bis vollständige Entfärbung eintritt.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0032035 g schweflige Säure, log. 50562.

Seesand,
mit Salzsäure gereinigt und geglüht.

1. Prüfung auf in Salzsäure lösliche Bestandteile.

Eine Mischung von 20 ccm Salzsäure (1.124 bis 1.126) und 100 ccm Wasser wird mit 20 g Seesand ungefähr 4 Stunden unter häufigem Umschütteln auf dem Wasserbade erwärmt und sodann filtriert. 50 ccm des Filtrats werden eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht; das Gewicht des Glührückstandes darf nicht mehr als 0.01 g betragen.

2. Prüfung auf Chloride.

Werden 20 ccm Wasser mit 1 g Seesand geschüttelt, sodann filtriert und mit Silbernitratlösung versetzt, so darf höchstens schwache Opaleszenz eintreten.

3. Prüfung auf flüchtige Bestandteile.

5 g Seesand dürfen beim Glühen nicht mehr als 0.001 g an Gewicht verlieren.

Silber. (Blech.)
Argentum metallicum.

Ag. Atomgewicht 107.88.

Weißes, glänzendes Metall, welches von Salzsäure und kalter, verdünnter Schwefelsäure nur sehr wenig angegriffen wird. Silber löst sich in Salpetersäure und heißer, konzentrierter Schwefelsäure.

1. Prüfung auf fremde Metalle.

2 g Silber sollen sich in 10 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) vollständig und farblos lösen; durch Verdünnen der Lösung mit Wasser darf Trübung nicht eintreten. Wird die zum Sieden erhitzte Lösung mit einem geringen Überschuß von Salzsäure versetzt, der Niederschlag abfiltriert und das Filtrat zur Trockene verdampft, so darf kein wägbarer Rückstand bleiben.

2. Gehaltsbestimmung.

0.2 bis 0.3 g Silber werden in 10 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) unter Erwärmen gelöst. Die Lösung wird weiter erwärmt, bis die roten Dämpfe verschwunden sind. Nach dem Verdünnen mit 100 ccm Wasser und Zusatz von 5 ccm einer kalt gesättigten Ferriammoniumsulfatlösung titriert man mit $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung = 0.010788 g Silber, log. 03294.

Silbernitrat.
Argentum nitricum cryst.

$AgNO_3$. Molekulargewicht 169.89.

Farblose, glänzende Kristalle, in 0.6 Teilen Wasser, in 14 Teilen Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) klar und farblos löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier neutral. Das Präparat ist 100prozentig.

1. Prüfung auf Chlorid.

Man löst 5 g Silbernitrat in 5 ccm Wasser und läßt diese Lösung in 100 ccm Wasser einfließen; eine Trübung und Opaleszenz der Flüssigkeit darf nicht eintreten.

2. Prüfung auf Salpeter.

0.5 g Silbernitrat werden in 0.5 ccm Wasser gelöst. Die Lösung wird mit 20 ccm absolutem Alkohol gemischt und einige Minuten geschüttelt; eine Trübung der Flüssigkeit oder eine Abscheidung soll nicht eintreten.

3. Prüfung auf Kupfer-, Wismut- und Bleisalze.

Man löst 1 g Silbernitrat in 5 ccm Wasser und versetzt die Lösung mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96). Die Flüssigkeit soll klar und farblos bleiben.

4. Prüfung auf durch Salzsäure nicht fällbare Verunreinigungen.

Wird die zum Sieden erhitzte Lösung von 2 g Silbernitrat in 50 ccm Wasser mit 3 ccm Salzsäure (1.124—1.126) versetzt, der Niederschlag abfiltriert und das Filtrat zur Trockene verdampft, so darf kein wägbarer Rückstand bleiben.

5. Gehaltsbestimmung.

1 g Silbernitrat wird in 100 ccm Wasser gelöst; 50 ccm dieser Lösung werden mit 100 ccm Wasser verdünnt und nach Zusatz von 10 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 5 ccm einer kalt gesättigten Ferriammoniumsulfatlösung mit $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung titriert.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Ammoniumrhodanidlösung = 0.016989 g Silbernitrat, log. 23016.

Silbernitrit.
Argentum nitrosum.

$AgNO_2$. Molekulargewicht 153.89.

Kleine, gelbliche, nadelförmige Kristalle, welche sich in ca. 300 Teilen kaltem Wasser langsam lösen. In heißem Wasser ist Silbernitrit leichter löslich, erleidet jedoch dabei teilweise Zersetzung.

1. Prüfung auf durch Salzsäure nicht fällbare Verunreinigungen.

   2 g Silbernitrit werden unter Erwärmen in 100 ccm Wasser und 2 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) gelöst; wird die zum Sieden erhitzte Lösung mit 2 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) versetzt, der Niederschlag abfiltriert und das Filtrat zur Trockene verdampft, so darf kein wägbarer Rückstand bleiben.

2. Gehaltsbestimmung.

   In eine Mischung von 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung, 300 ccm Wasser und 25 ccm verdünnte Schwefelsäure (1.110 – 1.114) läßt man unter fortwährendem Umschütteln 50 ccm einer Lösung von 1 g Silbernitrit in 500 ccm Wasser langsam einfließen. Nach 10 Minuten fügt man 3 g Kaliumjodid hinzu und titriert das freie Jod unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung.

   1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung = 0.0076945 g Silbernitrit, log. 88618.

Sulfanilsäure.
Acidum sulfanilicum cryst. alb.

$C_6H_4\overset{I}{(NH_2)}\overset{IV}{(SO_3H)} + 2H_2O$. Molekulargewicht 209.16.

Farblose, nadelförmige Kristalle, welche an der Luft verwittern. Die Sulfanilsäure zeigt keinen Schmelzpunkt, sondern verkohlt beim Erhitzen auf 280 – 300°.

Sulfanilsäure löst sich schwer in kaltem Wasser (in etwa 160 Teilen), leichter in heißem Wasser; in Alkohol, Äther und Benzol ist sie fast unlöslich.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

1 g Sulfanilsäure soll nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure (Anilinsulfat).

Eine Lösung von 1 g Sulfanilsäure in 25 ccm siedendem Wasser darf durch einige Tropfen Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Salzsäure (Anilinchlorid).

Schüttelt man 1 g Sulfanilsäure mit 20 ccm Wasser und filtriert, so darf das Filtrat nach Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

Sulfosalicylsäure*).
Acidum sulfosalicylicum.

$C_6H_3(SO_3H)(OH)(COOH) + 2H_2O$.
$(COOH:OH:SO_3H = 1:2:5)$

Molekulargewicht 254.15.

Weißes kristallinisches Pulver, welches zwischen 108° und 113° schmilzt. Sulfosalicylsäure ist in Wasser und Alkohol in jedem Verhältnis löslich.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

0.5 g Sulfosalicylsäure dürfen nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

---

*) Sulfosalicylsäure als Reagens auf Eiweiß siehe Pharm. Centralh. 42, S. 393 und Merck's Reag.-Verz. 1916, S. 50, 222, 270 u. 346.

2. Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

1 g Sulfosalicylsäure soll sich in 20 ccm Alkohol (96 %) vollständig lösen. Die Lösung darf höchstens ganz schwache Opaleszenz zeigen.

3. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Sulfosalicylsäure in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure und Baryumchloridlösung innerhalb 5 Minuten keine Veränderung zeigen.

4. Prüfung auf Chlorid.

Die Lösung von 1 g Sulfosalicylsäure in 20 ccm Wasser darf nach Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure durch Silbernitratlösung keine Veränderung erleiden.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

Die Lösung von 1 g Sulfosalicylsäure in 20 ccm Wasser darf nach dem Ansäuern mit Salzsäure durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden; nach weiterem Zusatz von Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung darf die Flüssigkeit keine grüne oder braune Farbe annehmen.

6. Prüfung auf freie Salicylsäure.

Schüttelt man die Lösung von 1 g Sulfosalicylsäure in 10 ccm Wasser mit 10 ccm Äther, wäscht den Ätherauszug nach Trennung der beiden Flüssigkeiten nochmals mit Wasser und dampft ihn zur Trockene ein, so darf der Abdampfrückstand höchstens 0.003 g betragen.

7. Gehaltsbestimmung.

Die Lösung von 5 g Sulfosalicylsäure in 100 ccm Wasser wird mit Normal-Kalilauge und Phenolphthaleïn als Indikator titriert.

1 ccm Normal - Kalilauge = 0.127075 g $C_6H_3(SO_3H)(OH)(COOH) + 2H_2O$, log. 10406.

Tetrachlorkohlenstoff (schwefelfrei). Carboneum tetrachloratum.

CCl_4. Molekulargewicht 153.84.

Klare, farblose Flüssigkeit, in Wasser sehr wenig löslich (etwa 0.08 : 100). Mit absolutem Alkohol, Äther, fetten und ätherischen Ölen ist Tetrachlorkohlenstoff in jedem Verhältnis mischbar.

Spezifisches Gewicht 1.604.

Siedepunkt 76—77°.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   25 ccm Tetrachlorkohlenstoff dürfen nach dem Verdampfen auf dem Wasserbade keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlor.

   Werden 20 ccm Tetrachlorkohlenstoff mit 5 ccm Jodzinkstärkelösung geschüttelt, so darf Blaufärbung derselben nicht eintreten.

3. Prüfung auf Salzsäure.

   20 ccm Tetrachlorkohlenstoff werden mit 10 ccm Wasser etwa 1 Minute lang geschüttelt. Das Wasser soll neutrale Reaktion zeigen und darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf organische Verunreinigungen.

   Werden 20 ccm Tetrachlorkohlenstoff mit 15 ccm konzentrierter Schwefelsäure in einem vorher mit Schwefelsäure gespülten Glasstöpselglase häufig geschüttelt, so darf sich die Schwefelsäure innerhalb einer Stunde nicht färben.

5. Prüfung auf Aldehyd.

   Werden 10 ccm Tetrachlorkohlenstoff und 10 ccm Kalilauge (1 : 2) unter häufigem Umschütteln ungefähr eine Minute lang erwärmt, so darf weder Gelb- noch Braunfärbung der Kalilauge eintreten.

6. Prüfung auf Schwefelkohlenstoff.

Man läßt eine Mischung von 10 ccm Tetrachlorkohlenstoff und 10 ccm einer Lösung von 10 g Kaliumhydroxyd in 100 g absolutem Alkohol etwa 1 Stunde stehen; nach Zusatz von 5 ccm verdünnter Essigsäure (1.040 – 1.042) und Kupfersulfatlösung darf innerhalb 2 Stunden Abscheidung eines gelben Niederschlages nicht eintreten.

Anmerkung. Über die quantitative Bestimmung des Schwefelkohlenstoffs in Tetrachlorkohlenstoff siehe Chem.-Ztg. 1897, S. 487 und 510, ferner Z. f. angew. Ch. 1909, S. 1413 oder Chem.-Ztg. 1909, Repert. S. 257.

Tetrajodfluorescein
siehe
Jodeosin.

---

p-Tetramethylparaphenylendiaminhydrochlorid. Tetramethylparaphenylendiamin hydrochloricum.

$C_6H_4 \begin{matrix} \diagup N(CH_3)_2 \\ \diagdown N(CH_3)_2 \end{matrix} \cdot 2HCl.$ Molekulargewicht 237.08.

Weißes oder schwach gefärbtes, kristallinisches Pulver, leicht löslich in Wasser, schwerer in Alkohol

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

1 g Tetramethylparaphenylendiaminhydrochlorid darf nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Gehaltsbestimmung.

Die Lösung von 0.5 g Tetramethylparaphenylendiaminhydrochlorid in 50 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) wird in einer Glasstöpselflasche unter An-

wendung von Poirriersblau als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert.

1 ccm $^1/_5$ Normal-Kalilauge = 0.023708 g Tetramethylparaphenylendiaminhydrochlorid, log. 37489.

Vor Licht und Feuchtigkeit geschützt aufzubewahren.

Anmerkung. Über die Verwendung des p-Tetramethylphenylendiaminhydrochlorids als Reagenz siehe Mercks Reagenzien-Verzeichnis 1916, S. 116, 295, 451.

Thioessigsäure.
Thiacetsäure. Acidum thioaceticum.

$CH_3\,CO\,SH$. Molekulargewicht 76.10.

Gelbe, stechend riechende Flüssigkeit, welche zwischen 92 und 97° siedet; spezifisches Gewicht 1.070. Thiacetsäure ist in 16 Teilen Wasser und leicht in Alkohol löslich. Die 6prozentige, wässerige Lösung dient als Ersatz für Schwefelwasserstoff in der Analyse*).

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.
   10 ccm Thiacetsäure dürfen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.
2. Prüfung auf Schwefelsäure.
   Werden 5 ccm Thiacetsäure in 100 ccm Wasser gelöst und mit Baryumchloridlösung versetzt, so darf keine Trübung eintreten.

Thymol.
Thymolum cryst.

$C_6\,H_3\,.\,(\overset{1}{C}H_3)\,(\overset{3}{O}H)\,(C_3\,\overset{4}{H}_7)$. Molekulargewicht 150.11.

Farblose, hexagonale Kristalle, die in Alkohol, Äther, Chloroform leicht, in Wasser dagegen sehr schwer

*) Über die Verwendung der Thiacetsäure siehe B. B. 1894, S. 3437; 1895, S. 1204 oder Z. f. analyt. Ch. 1895, S. 456.

(1:1100) löslich sind. Thymol schmilzt bei 50—51° und siedet bei 228—230°.

1. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

1 g Thymol soll sich beim Erhitzen verflüchtigen, ohne einen wägbaren Rückstand zu hinterlassen.

2. Prüfung auf freie Säuren.

Weder die wässerige noch die alkoholische Lösung darf blaues Lackmuspapier röten.

3. Prüfung auf Phenol.

Die kalt gesättigte, wässerige Lösung wird durch Bromwasser milchig getrübt; es darf jedoch kein kristallinischer Niederschlag entstehen. Die Lösung des Thymols in Wasser darf durch Eisenchloridlösung nicht violett gefärbt werden.

Tierkohle. Blutkohle. Carbo animalis. Pflanzenkohle. Carbo vegetabilis.

Trockenes, leichtes, schwarzes Pulver, welches bei Rotgluthitze ohne Flamme verbrennt.

1. Prüfung auf in Wasser lösliche Verunreinigungen.

20 ccm Wasser werden nach Zusatz von 1 g Tierkohle unter Verwendung eines Rückflußkühlers ungefähr 5 Minuten lang gekocht und filtriert; das Filtrat darf nach dem Verdampfen nicht mehr als 0.003 g Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf in Alkohol lösliche Verunreinigungen.

40 ccm Alkohol (ca. 85. Gew.-Proz.) werden nach Zusatz von 2 g Tierkohle unter Verwendung eines Rückflußkühlers ungefähr 5 Minuten lang gekocht

und filtriert; 20 ccm des Filtrates sollen nach dem Verdampfen nicht mehr als 0.001 g Rückstand hinterlassen.

3. Prüfung auf in Säure lösliche Verunreinigungen.

Man kocht eine Mischung von 45 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 110 ccm Wasser mit 5 g Kohle 5 Minuten lang, ergänzt nach dem Erkalten die Flüssigkeit mit Wasser auf 200 ccm und filtriert. Dampft man 150 ccm des Filtrates ein und trocknet bei 110°, so darf der Abdampfrückstand nicht mehr als 0.05 g betragen.

4. Prüfung auf in Natronlauge lösliche Verunreinigungen.

Werden 10 ccm Natronlauge (1.168—1.172) mit 0.25 g Kohle zum Sieden erhitzt und nach dem Erkalten filtriert, so soll das Filtrat farblos sein.

5. Prüfung auf Sulfat, Chlorid und Nitrat.

Man kocht 60 ccm Wasser mit 3 g Tierkohle einige Minuten lang und filtriert; das Filtrat soll farblos und von neutraler Reaktion sein. Versetzt man 10 ccm des Filtrates mit Baryumnitratlösung, so darf sofort keine Trübung eintreten.

10 ccm des Filtrats dürfen durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

Werden 10 ccm des Filtrats mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt, so darf die blaue Farbe der Flüssigkeit beim Umschütteln nicht verschwinden.

6. Prüfung auf Kupfer, Eisen und Kalk.

Eine Mischung von 40 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) wird mit 1 g Tierkohle ungefähr 5 Minuten lang gekocht und filtriert. Werden 10 ccm des Filtrats mit 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt, so darf weder Blaufärbung der Flüssigkeit noch flockige Abscheidung erfolgen;

nach weiterem Zusatz von Ammoniumoxalatlösung darf nicht sofort Trübung eintreten.

7. Prüfung auf Schwefelwasserstoff.

Man erhitzt 1 g Tierkohle mit 40 ccm Wasser und 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und prüft die entweichenden Dämpfe mit feuchtem Bleiacetatpapier; eine Bräunung des letzteren darf nicht eintreten.

8. Prüfung auf Cyanverbindungen.

Man destilliert von einem Gemisch von 5 g Kohle, 2 g Weinsäure und 50 ccm Wasser ca. 30 ccm ab. Als Vorlage dient ein Kolben nach Fresenius, welcher 0.5 ccm Normal-Kalilauge und 10 ccm Wasser enthält. Wird das Destillat mit 3 ccm einer Lösung von 0.2 g Ferrosulfat in 10 ccm Wasser mit kleiner Flamme langsam bis zum beginnenden Kochen erhitzt und mit 2 Tropfen Eisenchloridlösung (1:10) versetzt, so darf nach Zusatz von 2 ccm Salzsäure (1.124—1.126) keine Blaufärbung eintreten.

9. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

0.5 g Tierkohle, mit einigen Tropfen Alkohol befeuchtet, dürfen nach dem Verbrennen nicht mehr als 0.02 g Rückstand hinterlassen.

10. Bestimmung des Wassergehaltes.

Beim Trocknen bei 120° dürfen 2 g Kohle nicht mehr als 0.5 g an Gewicht verlieren.

11. Prüfung auf das Entfärbungsvermögen.

Werden 20 ccm einer Lösung von 0.15 g Methylenblau in 100 ccm Wasser mit 0.1 g fein gesiebter und bei 120° getrockneter Kohle in einem verschlossenen Gefäße 1 Minute lang geschüttelt, so soll vollständige Entfärbung der Methylenblaulösung eintreten. (Nicht filtrieren.)

Eine Mischung von 0.2 g fein gesiebter und bei 120° getrockneter Kohle und 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung wird in einer Glasstöpselflasche 30

Minuten lang geschüttelt und sodann scharf zentrifugiert. 25 ccm der klaren Flüssigkeit werden mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert. Dazu sollen höchstens 14 ccm erforderlich sein.

Überchlorsäure.
Acidum perchloricum.

$HClO_4$. Molekulargewicht 100.47.

Farblose Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 1.12, welche ungefähr 20 % Überchlorsäure enthält.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

   10 g Überchlorsäure sollen nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

   Werden 5 ccm Überchlorsäure mit 100 ccm Wasser verdünnt und mit 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) versetzt, so darf nach Zusatz von Baryumchloridlösung und nach 15 stündigem Stehen keine Abscheidung von Baryumsulfat erfolgt sein.

3. Prüfung auf Salzsäure.

   5 ccm Überchlorsäure dürfen, mit 25 ccm Wasser verdünnt und mit 3 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) versetzt, durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

4. Prüfung auf Baryt.

   10 ccm Überchlorsäure, mit 50 ccm Wasser verdünnt, dürfen nach Zusatz von verdünnter Schwefelsäure innerhalb 5 Minuten nicht getrübt werden.

5. Prüfung auf Schwermetalle.

   10 ccm Überchlorsäure sollen, mit 40 ccm Wasser verdünnt, durch Schwefelwasserstoffwasser keine Veränderung erleiden; versetzt man diese Flüssigkeit

mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) und einigen Tropfen Schwefelammoniumlösung, so darf weder eine Fällung eintreten, noch darf die Flüssigkeit eine braune Färbung annehmen.

6. Prüfung auf in Alkohol unlösliche Verunreinigungen.

Werden 10 ccm Überchlorsäure mit 10 ccm Alkohol (mindestens 94 Gew.-Proz.) versetzt, so darf keine Ausscheidung eintreten.

Uranylacetat, natronfrei.
Uranium aceticum cryst., natronfrei.

$(CH_3 . COO)_2 UO_2 + 2 H_2 O$. Molekulargewicht 424.28.

Gelbes, in Wasser leicht lösliches, kristallinisches Pulver. Da das Präparat zumeist etwas basisches Salz enthält, so erhält man klare Lösungen nur nach Zusatz von wenig Essigsäure.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Uranylacetat in 20 ccm Wasser und 2—3 ccm verdünnter Essigsäure darf durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Natriumsalz.

5 g Uranylacetat werden unter Zusatz von 10 ccm verdünnter Essigsäure in 200 ccm Wasser gelöst. Man versetzt die Lösung in der Siedehitze mit Ammoniaklösung im Überschuß, filtriert und dampft das Filtrat zur Trockene ein. Der Abdampfrückstand wird geglüht, der Glührückstand in Wasser gelöst und die Lösung unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit Normal-Salzsäure titriert.

Bis zum Eintritt der Rotfärbung soll nicht mehr als 0.1 ccm Normal-Salzsäure verbraucht werden.

3. Prüfung auf alkalische Erden.

Die Lösung von 1 g Uranylacetat in 20 ccm Wasser und 2—3 ccm verdünnter Essigsäure soll nach Zusatz von Ammoniaklösung und Ammoniumcarbonatlösung im Überschuß klar bleiben.

4. Prüfung auf Uranoxydulsalz.

Die Lösung von 1 g Uranylacetat in 20 ccm Wasser und 1 ccm verdünnter Schwefelsäure soll auf Zusatz von 0.1—0.2 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung gerötet werden.

5. Prüfung auf fremde Metalle.

a) Die zum Sieden erhitzte Lösung von 5 g Uranylacetat in 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124—1.126) darf beim Einleiten von Schwefelwasserstoff nicht verändert werden.

b) Die bei der Prüfung 3 erhaltene Flüssigkeit darf nach Zusatz von 2 oder 3 Tropfen Schwefelammoniumlösung weder eine dunkelbraune Farbe annehmen, noch einen Niederschlag abscheiden.

Uranylnitrat.
Uranium nitricum.

$UO_2(NO_3)_2 + 6H_2O$. Molekulargewicht 502.32.

Gelbe, im auffallenden Licht grünlich schillernde Kristalle, die an trockener Luft oberflächlich verwittern. Uranylnitrat ist in Wasser, Alkohol und Äther leicht löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die wässerige Lösung (1:20) darf durch Baryumchloridlösung innerhalb 15 Minuten nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Salze der Alkalien.

1 g Uranylnitrat wird geglüht, der Rückstand zerrieben, nochmals geglüht und sodann mit 20 ccm Wasser behandelt. Das Filtrat darf nach dem Verdampfen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

3. Prüfung auf alkalische Erden.

Die Lösung von 1 g Uranylnitrat in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von Ammoniaklösung und Ammoniumcarbonatlösung im Überschuß klar bleiben.

4. Prüfung auf Uranoxydulsalz.

Die Lösung von 1 g Uranylnitrat in 20 ccm Wasser und 1 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110 bis 1.114) soll durch 0.1 — 0.2 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung gerötet werden.

5. Prüfung auf fremde Metalle.

a) Die bei Prüfung 3 erhaltene Flüssigkeit darf nach Zusatz von 2 oder 3 Tropfen Schwefelammoniumlösung weder eine dunkelbraune Farbe annehmen, noch einen Niederschlag abscheiden.

b) Die zum Sieden erhitzte Lösung von 5 g Uranylnitrat in 100 ccm Wasser und 5 ccm Salzsäure (1.124 – 1.126) darf beim Einleiten von Schwefelwasserstoff nicht verändert werden.

Wasser, destilliertes.
Aqua destillata.

H_2O. Molekulargewicht 18.02.

Destilliertes Wasser muß gegen empfindliches Lackmuspapier neutral reagieren.

1. Prüfung auf nicht flüchtige Verunreinigungen.

100 ccm Wasser sollen nach dem Verdampfen auf dem Wasserbade keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

2. Prüfung auf Chlorid.

100 ccm Wasser sollen nach Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

100 ccm Wasser dürfen nach Zusatz von 1 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und Baryumchloridlösung innerhalb 15 Stunden keine Abscheidung von Baryumsulfat zeigen.

4. Prüfung auf Nitrat.

Man bringt etwa 5 ccm Diphenylaminlösung (Siehe Diphenylamin) in ein Reagenzglas und schichtet darüber 10 ccm Wasser. An der Berührungsfläche der beiden Schichten darf keine Blaufärbung eintreten.

5. Prüfung auf Ammoniak und Ammoniumverbindungen.

50 ccm Wasser sollen durch 10—15 Tropfen Neßlers Reagenz nicht verändert werden.

6. Prüfung auf Schwermetalle und Kalk.

100 ccm Wasser sollen weder durch Schwefelwasserstoffwasser noch durch Ammoniaklösung und Schwefelammoniumlösung, noch durch Ammoniumoxalatlösung verändert werden.

7. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Substanzen (Organische Stoffe, Nitrit usw.).

100 ccm Wasser mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure bis zum Sieden erhitzt und hierauf mit 1 Tropfen Kaliumpermanganatlösung (1:1000) versetzt, sollen, 3 Minuten im Sieden erhalten, nicht entfärbt werden.

Weinsäure.
Acidum tartaricum cryst.

$C_4H_6O_6$. Molekulargewicht 150.05.

Farblose, prismatische Kristalle oder Kristallkrusten, in 0.8 Teilen Wasser und in 4 Teilen Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) löslich.

1. Prüfung auf Schwefelsäure und Kalk.

Je 20 ccm der wässerigen Lösung (1:10) sollen weder durch Baryumchlorid- noch durch Ammoniumoxalatlösung verändert werden.

2. Prüfung auf Oxalsäure.

Wird die Lösung von 2 g Weinsäure in 20 ccm Wasser mit Ammoniaklösung bis zur schwach sauren Reaktion und dann mit Calciumsulfatlösung versetzt, so darf keine Veränderung eintreten.

3. Prüfung auf Blei und andere Metalle.

a) Die Lösung von 5 g Weinsäure in 20 ccm Wasser soll nach Zusatz von 12 ccm Ammoniaklösung (0.96) durch Schwefelwasserstoffwasser nicht braun gefärbt werden.

b) 20 ccm der wässerigen Lösung (1:10) sollen durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

4. Prüfung auf anorganische Verunreinigungen.

1 g Weinsäure darf nach dem Verbrennen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

5. Gehaltsbestimmung.

1 g Weinsäure wird in 50 ccm Wasser gelöst und unter Anwendung von Phenolphthaleïn mit Normal-Natronlauge titriert.

1 ccm Normal-Natronlauge = 0.075025 g Weinsäure, log. 87520.

Wismutjodid-Kaliumjodidlösung.
Bismutum Kalium jodatum solutum.

Eine wässerige Lösung, welche in 1 Kilogramm 25 g Wismutjodid und 100 g Kaliumjodid enthält.

Wismutsubnitrat. Basisches Wismutnitrat.
Bismutum subnitricum leviss.

Weißes, mikrokristallinisches Pulver, unlöslich in Wasser und Alkohol, löslich in verdünnter Salz-, Salpeter- oder Schwefelsäure.

Wird Wismutsubnitrat mit Wasser geschüttelt, so erteilt es demselben saure Reaktion.

Gehalt 70.8 bis 73.5 Prozent Wismut.

1. Prüfung auf Carbonat, Blei, Kupfer, Salze der Alkalien usw.

   0.5 g basisches Wismutnitrat sollen sich bei Zimmertemperatur in 25 ccm verdünnter Schwefelsäure ohne Entwicklung von Kohlendioxyd vollständig und klar auflösen. 10 ccm dieser Lösung sollen nach Zusatz von Ammoniaklösung im Überschuß ein farbloses Filtrat geben. 10 ccm der schwefelsauren Lösung, mit 100 ccm Wasser verdünnt, sollen nach dem vollständigen Ausfällen des Wismuts durch Schwefelwasserstoff ein Filtrat geben, welches nach dem Eindampfen keinen wägbaren Rückstand hinterläßt.

2. Prüfung auf Chlorid.

   Die Lösung von 0.5 g Wismutsubnitrat in 5 ccm Salpetersäure (1.150 – 1.152) darf durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

3. Prüfung auf Sulfat.

   Die Lösung von 0.5 g Wismutsubnitrat in 5 ccm Salpetersäure soll durch Zusatz von 5 – 10 Tropfen Baryumnitratlösung nicht verändert werden.

4. Prüfung auf Ammoniak.

Wird 1 g Wismutsubnitrat mit 10 ccm Natronlauge (1.3) erwärmt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

5. Prüfung auf Glührückstand.

1 g Wismutsubnitrat soll nach dem Glühen 0.79 bis 0.82 g Wismutoxyd hinterlassen.

6. Prüfung auf Arsen.

Der bei Prüfung 5 erhaltene Glührückstand wird sehr fein zerrieben und in Schwefelsäure unter Erwärmen gelöst.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh-schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt alsdann die Wismutlösung in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach halbstündigem Gange darf kein Anflug von Arsen in der Reduktionsröhre wahrnehmbar sein.

Wismutperoxyd.
Bismutum peroxydatum.

Bi_2O_4. Molekulargewicht 482.0.

Rotbraunes Pulver, welches sich weder in Wasser, noch in verdünnten Säuren löst. Es ist löslich in Salpetersäure (1.4) beim Erwärmen.

Erhitzt man Wismutperoxyd, so färbt es sich bei Rotglut unter Sauerstoffabgabe gelb.

1. Prüfung auf Chlorid und Nitrat.

Man erhitzt 20 ccm Wasser mit 3 g Wismutperoxyd zum Sieden und filtriert durch ein Hartfilter. Das Filtrat soll gegen Lackmuspapier neutral reagieren; 10 ccm des Filtrates dürfen nach Zusatz

von einigen Tropfen Salpetersäure durch Silbernitratlösung höchstens eine schwache Opaleszenz zeigen.

Gibt man zu 10 ccm des Filtrates 3 ccm einer kaltgesättigten, wässerigen Ferrosulfatlösung und überschichtet mit diesem Gemisch 5 ccm konzentrierte Schwefelsäure, so darf an der Berührungsstelle beider Flüssigkeiten keine braune Zone entstehen.

2. Prüfung auf Bleisuperoxyd und Mangan.

1 g Wismutperoxyd soll sich in 10 ccm Salpetersäure (1.4) beim Erwärmen im Wasserbade vollständig lösen; diese Lösung darf höchstens schwach gelblich gefärbt sein.

3. Gehaltsbestimmung.

Man versetzt in einem Meßkölbchen von 100 ccm Inhalt 1 g Wismutperoxyd mit einer Lösung von 3 g Kaliumjodid in 30 ccm Wasser, sodann mit 30 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und läßt das Kölbchen 1 Stunde unter Lichtabschluß verschlossen stehen. Darauf füllt man mit Wasser bis zur Marke auf, versetzt 50 ccm dieser Lösung mit 20 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung und titriert den Überschuß mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung unter Zusatz von Stärkelösung als Indikator zurück.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung = 0.0008 g aktiver Sauerstoff, log. 90.309.

Wismutperoxyd enthalte nicht weniger als 2.9 % aktiven Sauerstoff.

Würfel zur Entwicklung von Chlor

siehe

Chlorkalk-Würfel.

Würfel zur Entwicklung von Sauerstoff.

Graue, spezifisch schwere Würfel, die auf Zusatz von Salzsäure (1.061—1.063) lebhaft Sauerstoff entwickeln. Das Sauerstoffgas ist durch eine Waschflasche zu leiten, die mit verdünnter Natronlauge*) beschickt ist.

Würfel zur Entwicklung von arsenfreiem Schwefelwasserstoff

siehe

Baryumsulfid.

Würfel zur Entwicklung von schwefliger Säure

siehe

Schweflige Säure.

Xylidin.
Xylidinum.

$C_6H_3(CH_3)_2(NH_2)$. Molekulargewicht 121.10.

Gelbe bis gelbbraune Flüssigkeit vom spezifischen Gewicht 0.981—0.984, welche bei 212—215° siedet.

Prüfung auf in Salzsäure unlösliche Verunreinigungen.

10 ccm Xylidin sollen sich in einem Gemisch von 10 ccm Salzsäure (1.124—1.126) und 10 ccm Wasser vollständig klar lösen.

---

*) Um Chlor zu entfernen, welches in geringer Menge neben Sauerstoff entweicht.

Zink.
Zincum metallicum.

Zn. Atomgewicht 65.37.

Glänzendes, bläulich-weißes Metall.

1. Zink, chemisch rein.

a) granuliert,
b) in dünnen Stäbchen,
c) in dicken Stäbchen.

1. Prüfung auf Arsen.

20 g Zink werden in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates gebracht; die Wasserstoffentwicklung wird mit arsenfreier, verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang gesetzt und erhalten, bis das Metall fast vollständig gelöst ist. Nach Beendigung des Versuches darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

2. Prüfung auf Empfindlichkeit für den Arsennachweis.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh'schen Apparat mit Hilfe von 20 g Zink und verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang und bringt sodann 1 ccm einer Natriumarsenitlösung*), entsprechend 0.002 mg Arsen, in den Entwicklungskolben. Nach einstündigem Gange muß in der Reduktionsröhre ein Anflug von Arsen nachweisbar sein.

3. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Verunreinigungen.

10 g Zink werden in einem Kölbchen, welches mit Gummiventil verschließbar ist, in einem Gemisch von 60 ccm Wasser und 15 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure (1.84) gelöst. Dabei sollen keine schwarzen Flocken ungelöst bleiben. Sobald das

*) Man löst 3.47 g Natriumarsenit in 1000 ccm Wasser und verdünnt 10 ccm dieser Lösung mit Wasser auf 1000 ccm.

Zink gelöst ist, versetzt man die Lösung tropfenweise mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung. Bis zum Eintritt einer deutlichen Rosafärbung sollen nicht mehr als 0.1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung verbraucht werden*).

4. Prüfung auf Schwefel, Phosphor usw.

Man bringt in ein schmales Reagenzglas 1 g Zink, 5—10 ccm verdünnte, arsenfreie Schwefelsäure und schiebt in den oberen Teil der Röhre einen Bausch Watte, von welchem der durch die Wasserstoffentwicklung mitgerissene Wasserdampf zurückgehalten wird. Über die Mündung des Rohres legt man ein Stück Filtrierpapier, welches man mit einer Silbernitratlösung (1 : 1) getränkt und sodann vorsichtig getrocknet hat. Die Reaktion ist in einem dunklen Raum, der vollständig frei von Schwefelwasserstoff ist, vorzunehmen. Nach 2stündigem Stehen darf das Silbernitratpapier weder Gelbfärbung, noch Schwärzung zeigen.

2. Zink, reinst.

a) granuliert,
b) in dicken Stäbchen,
c) in dünnen Stäbchen,
d) in Platten.

1. Prüfung auf Arsen.

Wird ausgeführt wie bei Zink, chemisch rein, beschrieben wurde.

2. Prüfung auf durch Kaliumpermanganat oxydierbare Verunreinigungen.

10 g Zink werden in einem Kölbchen, welches mit Gummiventil verschließbar ist, in einem Gemisch von 60 ccm Wasser und 15 ccm reiner, konzentrierter Schwefelsäure gelöst. Die Lösung darf nur eine sehr

*) Sollte der Verbrauch an Kaliumpermanganatlösung größer sein, so ist die verdünnte Schwefelsäure (15 ccm Schwefelsäure und 60 ccm Wasser) zur Kontrolle ohne Zink mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung zu titrieren.

geringe Menge von ungelösten schwarzen Flocken zeigen. Sobald das Zink gelöst ist, versetzt man die Lösung tropfenweise mit $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung. Bis zum Eintritt einer deutlichen Rosafärbung sollen nicht mehr als 0.5 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung verbraucht werden.

3. Zink, rein arsenfrei.

a) granuliert,
b) in dicken Stäbchen,
c) in dünnen Stäbchen.

Prüfung auf Arsen.

Wird ausgeführt wie bei Zink, chemisch rein, beschrieben wurde.

4. Zinkstaub.
Zincum metallic. pulv.

Graues, feines Pulver, welches ungefähr 90 % metallisches Zink enthält.

1. Prüfung auf Stickstoff.

20 g Zinkstaub werden in einer Mischung von 20 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) und 200 ccm Wasser unter Erwärmen gelöst*). Nach dem Erkalten wird die Flüssigkeit mit 100 ccm stickstoffreier Natronlauge (1.3) versetzt und destilliert, bis ungefähr 75 ccm übergegangen sind. Das Destillat wird in einer Vorlage aufgefangen, welche 2—3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure und 10 ccm Wasser enthält, und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $^1/_5$ Normal-Kalilauge titriert. Zur Neutralisation des Ammoniaks aus dem Zinkstaub dürfen nicht mehr als 0.3 ccm $^1/_5$ Normal-Salzsäure erforderlich sein.

---

*) Manchmal löst sich der Zinkstaub sehr schwer; in diesem Falle setze man einen Tropfen salpetersäurefreier Platinchloridlösung hinzu.

2. Wertbestimmung des Zinkstaubes.

Man bringt 1 g Zinkstaub in ein mit Glasstopfen verschließbares Fläschchen von etwa 200 ccm Inhalt, gibt einige Glasperlen hinzu und darauf eine Mischung von 30 ccm Kaliumjodatlösung und 100 ccm Natronlauge. (Kaliumjodatlösung: 15.25 g auf 300 ccm Wasser; Natronlauge: 300 g Natriumhydroxyd auf 1000 ccm Wasser.) Man schüttelt nun den Inhalt des Fläschchens 5 Minuten lang kräftig durch und bringt denselben, ohne zu filtrieren, in einen Meßkolben von 1000 ccm Inhalt, füllt mit Wasser bis zur Marke auf und mischt. Von dieser Lösung werden 100 ccm in einen Joddestillationsapparat gebracht, nach Hinzufügen von 50 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) und Verdrängung der Luft durch Kohlensäure destilliert und das Jod in Kaliumjodidlösung (1 :5) aufgefangen. In etwa 20 Minuten ist die Destillation gewöhnlich beendet, was an der Farblosigkeit des Retorteninhaltes zu erkennen ist. Das überdestillierte Jod wird mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert. 6 Jod entsprechen 15 Zink*).

1 ccm $^1/_{10}$ Normal - Natriumthiosulfatlösung = 0.0163425 g Zink, log. 21 332.

Zinkchlorid.
Chlorzink. Zincum chloratum siccum.

$ZnCl_2$. Molekulargewicht 136.29.

Weißes, an der Luft zerfließendes Pulver, leicht löslich in Wasser und Alkohol. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer.

---

*) $15\,Zn + 30\,KOH = 15\,Zn(OK)_2 + 15\,H_2$
$5\,KJO_3 + 15\,H_2 = 5\,KJ + 15\,H_2O$
$KJO_3 + 5\,KJ + 3\,H_2SO_4 = 3\,K_2SO_4 + 3\,H_2O + 6\,J$

1. Prüfung auf einen zu großen Gehalt an Zinkoxychlorid.

Die Lösung von 1 g Zinkchlorid in 1 ccm ausgekochtem Wasser soll klar oder höchstens schwach getrübt sein; der auf Zusatz von 3 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) entstehende flockige Niederschlag soll auf Zusatz von 1 Tropfen Salzsäure (1.124—1.126) verschwinden.

2. Prüfung auf Sulfat.

10 ccm der wässerigen, mit einigen Tropfen Salzsäure versetzten Lösung (1:10) dürfen durch Baryumchloridlösung nicht getrübt werden.

3. Prüfung auf fremde Metalle und Alkalien.

a) Die mit 1 ccm Salzsäure angesäuerte Lösung von 1 g Zinkchlorid in 10 ccm Wasser darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.

b) Die Lösung von 1 g Zinkchlorid in 10 ccm Wasser muß beim Mischen mit 10 ccm Ammoniaklösung (0.96) klar und farblos bleiben; diese Lösung soll mit 5 Tropfen Schwefelwasserstoffwasser eine rein weiße Fällung geben. Fällt man durch weiteren Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser das Zink vollständig aus, so darf die vom Niederschlag abfiltrierte Flüssigkeit nach dem Verdampfen und Glühen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

Zinkoxyd.
Zincum oxydatum.

ZnO. Molekulargewicht 81.37.

Weißes, einen Stich ins Gelbliche zeigendes, zartes, amorphes Pulver. Zinkoxyd ist in Wasser unlöslich, löslich hingegen in verdünnter Essigsäure und Mineralsäuren.

1. Prüfung auf Sulfat und Chlorid.

Werden 20 ccm Wasser mit 2 g Zinkoxyd geschüttelt, so darf das Filtrat durch Baryumnitratlösung nicht verändert und durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisierend getrübt werden.

2. Prüfung auf Nitrat.

Die Lösung von 1 g Zinkoxyd in 10 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042) wird mit einem Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

3. Prüfung auf Carbonat, Kalk, Magnesia und fremde Schwermetalle.

1 g Zinkoxyd soll sich in 10 ccm verdünnter Essigsäure (1.040—1.042) ohne Aufbrausen vollständig lösen. Diese Lösung muß, mit 20 ccm Ammoniaklösung (0.96) versetzt, eine klare, farblose Flüssigkeit geben, welche weder durch Ammoniumoxalat-, noch durch Natriumphosphatlösung verändert werden darf, und nach Zusatz von 5 Tropfen Schwefelwasserstoffwasser einen rein weißen Niederschlag abscheiden soll.

4. Prüfung auf Arsen.

Eine Mischung von 1 g Zinkoxyd und 3 ccm Zinnchlorürlösung darf im Laufe einer Stunde keine dunklere Färbung annehmen.

5. Prüfung auf Phosphat.

Die Lösung von 3 g Zinkoxyd in 25 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) wird mit 25 ccm einer salpetersauren Lösung von molybdänsaurem Ammonium versetzt. Diese Flüssigkeit darf nach 2stündigem Stehen bei 30—40° keine gelbe Abscheidung zeigen.

6. Prüfung auf Bleisalze.

Die Lösung von 1 g Zinkoxyd in 9 ccm Essigsäure (1.040—1.042) darf auf Zusatz von Kalium-

chromatlösung innerhalb 1 Stunde keine Trübung zeigen.

7. Prüfung auf Verunreinigungen, welche beim Auflösen des Zinkoxyds in verdünnter Schwefelsäure Kaliumpermanganat reduzieren.

   15 g Zinkoxyd werden in einer Reibschale mit einer Lösung von 1 g reinem, oxydulfreiem Eisenammoniakalaun in 100 ccm Wasser sorgfältig angerieben. Sodann versetzt man die Mischung mit 100 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) und bewirkt unter gelindem Erwärmen vollständige Auflösung. Die Lösung wird tropfenweise mit $^1/_{10}$ Normal - Kaliumpermanganatlösung versetzt. 5 Tropfen $^1/_{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung sollen genügen, um der Lösung eine deutliche Rosafärbung zu geben.

Zinksulfat.

Zincum sulfuricum cryst.

$Zn\,SO_4 + 7H_2O$. Molekulargewicht 287.55.

Farblose, an trockener Luft verwitternde Kristalle, in 0.6 Teilen Wasser löslich. Die wässerige Lösung reagiert gegen Lackmuspapier sauer. Zinksulfat ist in Alkohol fast unlöslich.

1. Prüfung auf Chlorid.

   Die wässerige Lösung (1:20) darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Nitrat.

   Die Lösung von 1 g Zinksulfat in 10 ccm Wasser wird mit 1 Tropfen Indigolösung (1:1000) und 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure (1.84) versetzt; die blaue Farbe der Flüssigkeit darf beim Umschütteln nicht verschwinden.

3. Prüfung auf freie Schwefelsäure.

Schüttelt man 10 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) mit 2 g Zinksulfat und filtriert nach etwa 10 Minuten, so soll ein Filtrat erhalten werden, welches nach dem Verdünnen mit 10 ccm Wasser blaues Lackmuspapier nicht rötet.

4. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Wird 1 g Zinksulfat mit Natronlauge erwärmt, so darf sich Ammoniak nicht entwickeln, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

5. Prüfung auf Eisen.

Die Lösung von 1 g Zinksulfat in 20 ccm Wasser wird nach Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure (1.150—1.152) zum Sieden erhitzt; die erkaltete Lösung darf durch Kaliumrhodanidlösung nicht gerötet werden.

6. Prüfung auf fremde Metalle.

0.5 g Zinksulfat müssen sich in einer Mischung von 10 ccm Wasser und 5 ccm Ammoniaklösung (0.96) klar und farblos lösen; diese Lösung soll mit 5 Tropfen Schwefelwasserstoffwasser eine rein weiße Fällung geben.

7. Prüfung auf Arsen.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marsh-schen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1 : 5) in Gang und bringt sodann eine Lösung von 2 g Zinksulfat in 20 ccm Wasser in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marsh'schen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre kein Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

Zinn.
Stannum metallicum.

Sn. Atomgewicht 118.7.

Fast silberweißes, weiches Metall, welches bei 231° schmilzt. Zinn wird von heißer Salzsäure unter Bildung von Zinnchlorür gelöst; von konzentrierter, heißer Salpetersäure wird es in unlösliche Zinnsäure verwandelt.

1. Prüfung auf Blei, Kupfer, Eisen und Zink.

5 g Zinn werden mit 40 ccm Salpetersäure (1.4) auf dem Wasserbade digeriert, bis die vollständige Umwandlung des Metalls in ein weißes Pulver erreicht ist. Man dampft vollständig ein, rührt den Abdampfrückstand mit 10 ccm verdünnter Salpetersäure (1.150—1.152) und 50 ccm Wasser an und filtriert. Das Filtrat versetzt man mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure (1.110—1.114) und dampft auf dem Wasserbade soweit wie möglich ein. Den Abdampfrückstand nimmt man mit 10 ccm Wasser auf und filtriert, falls die Lösung nicht vollständig klar sein sollte. Das Gewicht des Unlöslichen darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.0005 g betragen ($PbSO_4$). Das Filtrat wird mit Ammoniaklösung bis zur alkalischen Reaktion versetzt; die Flüssigkeit darf keine blaue Farbe annehmen (Cu). Man fügt sodann Schwefelammoniumlösung hinzu und läßt die Flüssigkeit 4—5 Stunden bei ca. 50° stehen. Ein etwa entstandener Niederschlag darf nach dem Glühen nicht mehr als 0.002 g betragen (Fe, Zn).

2. Prüfung auf Antimon.

Man erwärmt 5 g Zinn mit 75 ccm Salzsäure (1.124—1.126) auf dem Wasserbade und fügt Kaliumchlorat in kleinen Mengen hinzu bis zu erfolgter Lösung. Nun bringt man in die bis fast zum Sieden

erhitzte Lösung so lange blanken Klavierdraht*), bis derselbe nicht mehr gelöst wird; dabei darf kein oder doch nur ein sehr geringer schwarzer Niederschlag ausgeschieden werden.

3. Prüfung auf Arsen.

5 g Zinn werden mit 40 ccm Salpetersäure (1.4) auf dem Wasserbade digeriert, bis die vollständige Umwandlung des Metalls in ein weißes Pulver erreicht ist. Man dampft vollständig ein, rührt den Abdampfrückstand mit 10 ccm Salpetersäure (1.150—1.152) und 50 ccm Wasser an und filtriert. Das Filtrat wird mit 5 ccm Schwefelsäure (1.84) versetzt und zunächst auf dem Wasserbade, dann auf dem Sandbade bis zur beginnenden Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen eingedampft. Der Rückstand wird nach dem Erkalten mit 50 ccm Wasser verdünnt.

Man setzt die Wasserstoffentwicklung im Marshschen Apparat mit Hilfe von 20 g arsenfreiem, granuliertem Zink und verdünnter Schwefelsäure (1:5) in Gang und bringt sodann den Abdampfrückstand in kleinen Mengen in den Entwicklungskolben des Marshschen Apparates; nach einstündigem Gange darf in der Reduktionsröhre höchstens ein geringer Anflug von Arsen wahrnehmbar sein.

Zinnchlorür.
Stannum chloratum cryst.

$SnCl_2 + 2H_2O$. Molekulargewicht 225.65.

Farblose Kristalle, welche sich in salzsäurehaltigem Wasser und Alkohol leicht und vollständig lösen. Durch

*) Der für diese Prüfung verwendete Klavierdraht soll in verdünnter Salzsäure ohne Rückstand löslich sein.

viel Wasser wird die Zinnchlorürlösung zersetzt unter Abscheidung eines basischen Stannochlorids.

1. Prüfung auf Sulfat.

Die Lösung von 1 g Zinnchlorür in 5 ccm Salzsäure (1.19) darf nach dem Verdünnen mit 50 ccm Wasser durch Baryumchloridlösung nicht verändert werden.

2. Prüfung auf Ammoniumsalze.

Werden 10 ccm Natronlauge (1.3) mit 1 g Zinnchlorür erhitzt, so darf Ammoniak nicht entweichen, welches mit feuchtem Lackmuspapier nachzuweisen wäre.

3. Prüfung auf Salze der Alkalien, alkalischen Erden und auf Eisen.

2 g Zinnchlorür werden in 10 ccm Salzsäure (1.19) gelöst. Man verdünnt die Lösung mit 100 ccm Wasser und leitet in dieselbe bis zur vollständigen Ausfällung des Zinns Schwefelwasserstoff ein. Der Niederschlag wird abfiltriert, das Filtrat eingedampft und der Abdampfrückstand geglüht. Das Gewicht des Glührückstandes darf nicht mehr als 0.002 g betragen. Erwärmt man den Glührückstand mit 1 ccm Salzsäure (1.124–1.126), verdünnt die Lösung sodann mit 20 ccm Wasser und versetzt die Flüssigkeit mit Kaliumrhodanidlösung, so darf höchstens schwache Rotfärbung eintreten.

4. Prüfung auf Arsen.

10 ccm Salzsäure (1.19) werden mit 2 g Zinnchlorür einige Minuten gekocht; die Flüssigkeit soll während einer Stunde klar und farblos bleiben.

5. Gehaltsbestimmung.

Man löst 0.5 g Zinnchlorür in 2 ccm Salzsäure (1.19) und verdünnt die Lösung mit 50 ccm Wasser. Sodann fügt man 5 g Seignettesalz (Tartarus natronatus) und Natriumbicarbonat hinzu, bis die

Flüssigkeit gegen Lackmuspapier alkalisch reagiert. Man titriert nunmehr unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung = 0.0112825 g $SnCl_2 + 2H_2O$, log. 05240.

Zinnchlorür, in Lösung.
Solutio Stanni chlorati.

Schwach gelblich gefärbte, lichtbrechende Flüssigkeit, deren spezifisches Gewicht mindestens 1.90 betragen soll. Sie wird erhalten, indem man 5 Teile Zinnchlorür mit 1 Teil Salzsäure (1.124—1.126) zu einem Brei anrührt und letzteren mit trockenem Chlorwasserstoff sättigt.

1. Prüfung auf durch Alkohol fällbare Verunreinigungen.

   Ein Gemisch von 1 ccm Zinnchlorürlösung und 10 ccm Alkohol (ca. 85 Gew.-Proz.) darf sich innerhalb einer Stunde nicht trüben.

2. Prüfung auf Schwefelsäure.

   Ein Gemisch von 5 ccm Zinnchlorürlösung und 50 ccm Wasser darf durch Baryumnitratlösung innerhalb 10 Minuten nicht getrübt werden.

Abkürzungen bei Literaturangaben.

Apoth.-Ztg. = Apotheker-Zeitung.

Arch. d. Pharm. = Archiv der Pharmazie.

B. B. = Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft.

B. d. d. pharm. Ges. = Berichte der deutschen pharmazeutischen Gesellschaft.

Chem. Ind. = Chemische Industrie.

Chem.-Ztg. = Chemiker-Zeitung.

Chem. Zentralbl. = Chemisches Zentralblatt.

Journ. f. prakt. Ch. N. F. = Journal für praktische Chemie, Neue Folge.

Merck's Reag.-Verz. = Merck's Reagenzien-Verzeichnis.

Monatsh. f. Ch. = Monatshefte für Chemie.

Pharmaz. Zentralh. = Pharmazeutische Zentralhalle.

Z. f. analyt. Ch. = Zeitschrift für analytische Chemie.

Z. f. anorg. Ch. = Zeitschrift für anorganische Chemie.

Z. f. angew. Ch. = Zeitschrift für angewandte Chemie.

Z. f. d. ges. Schieß- u. Sprengst.-W. = Zeitschrift für das gesamte Schieß- und Sprengstoffwesen.

Z. f. physiolog. Ch. = Zeitschrift für physiologische Chemie.

Z. f. U. d. N. u. G. = Zeitschrift für Untersuchung der Nahrungs- und Genußmittel.

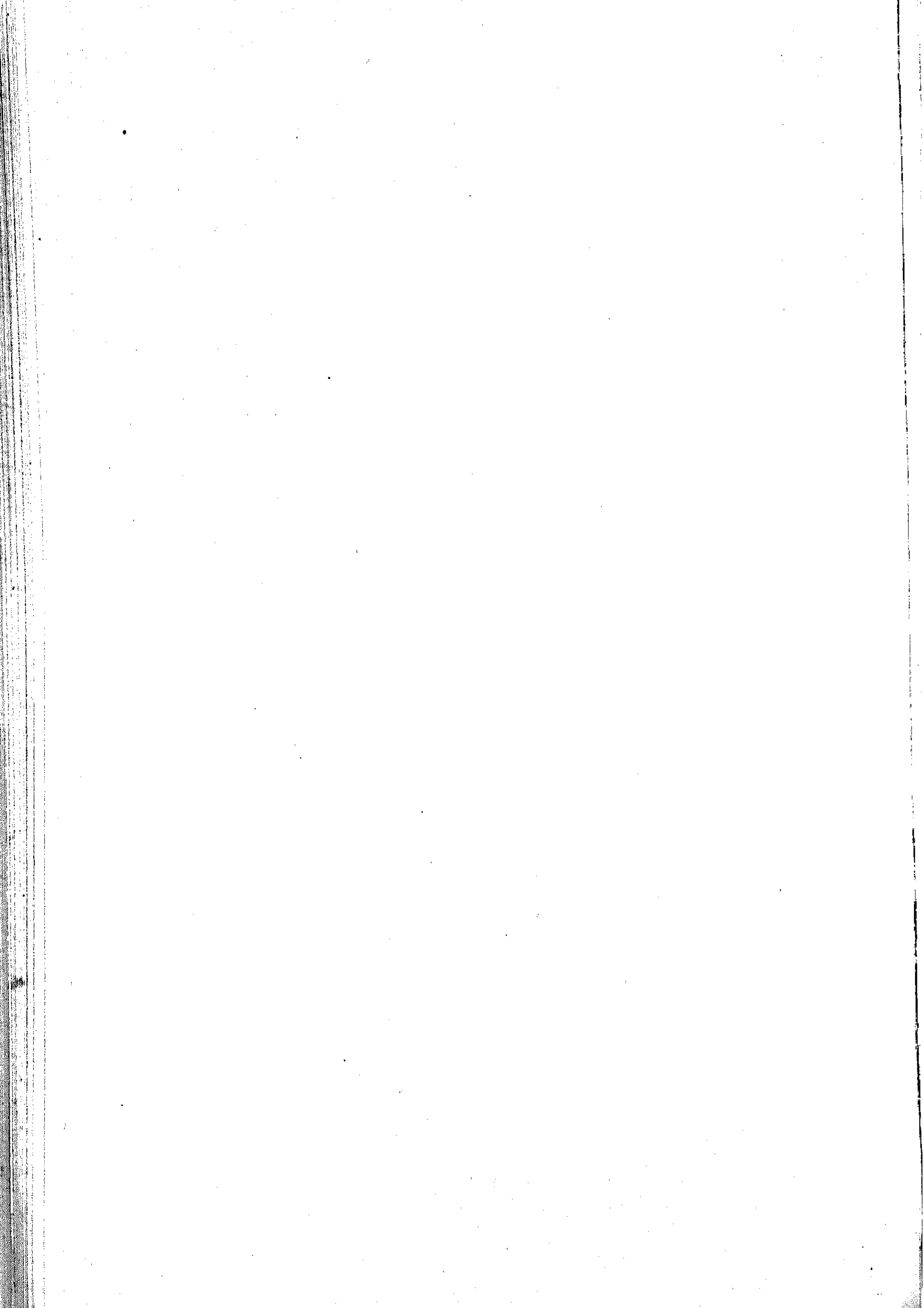
Praktische Atomgewichte.

Tabelle der deutschen Atomgewichtskommission für das Jahr 1921*).

O = 16.

Ag	Silber	107.88	Mo	Molybdän . .	96.0
Al	Aluminium . .	27.1	N	Stickstoff . .	14.008
Ar	Argon	39.9	Na	Natrium . . .	23.00
As	Arsen	74.96	Nb	Niobium . . .	93.5
Au	Gold	197.2	Nd	Neodymium .	144.3
B	Bor	10.90	Ne	Neon	20.2
Ba	Baryum . . .	137.4	Ni	Nickel	58.68
Be	Beryllium . .	9.1	O	Sauerstoff . .	16.00
Bi	Wismut . . .	209.0	Os	Osmium . . .	190.9
Br	Brom	79.92	P	Phosphor . .	31.04
C	Kohlenstoff . .	12.00	Pb	Blei	207.20
Ca	Calcium . . .	40.07	Pd	Palladium . .	106.7
Cd	Cadmium . .	112.40	Pr	Praseodymium	140.9
Ce	Cerium . . .	140.25	Pt	Platin	195.2
Cl	Chlor	35.46	Ra	Radium . . .	226.0
Co	Cobalt	58.97	Rb	Rubidium . .	85.5
Cr	Chrom	52.0	Rh	Rhodium . . .	102.9
Cs	Caesium . . .	132.80	Ru	Ruthenium . .	101.7
Cu	Kupfer	63.57	S	Schwefel . . .	32.07
Dy	Dysprosium .	162.5	Sb	Antimon . . .	120.2
Em	Emanation . .	222.0	Sc	Scandium . .	45.1
Er	Erbium . . .	167.7	Se	Selen	79.2
Eu	Europium . .	152.0	Si	Silicium . . .	28.3
F	Fluor	19.0	Sm	Samarium . .	150.4
Fe	Eisen	55.84	Sn	Zinn	118.7
Ga	Gallium . . .	69.9	Sr	Strontium . .	87.6
Gd	Gadolinium . .	157.3	Ta	Tantal	181.5
Ge	Germanium . .	72.5	Tb	Terbium . . .	159.2
H	Wasserstoff .	1.008	Te	Tellur	127.5
He	Helium	4.0	Th	Thorium . . .	232.1
Hg	Quecksilber .	200.6	Ti	Titan	48.1
Ho	Holmium . . .	163.5	Tl	Thallium . . .	204.0
In	Indium . . .	114.8	Tu	Thulium . . .	169.4
Ir	Iridium . . .	193.1	U	Uran	238.2
J	Jod	126.92	V	Vanadium . .	51.0
K	Kalium	39.10	W	Wolfram . . .	184.0
Kr	Krypton . . .	82.92	X	Xenon	130.2
La	Lanthan . . .	139.0	Y	Yttrium . . .	88.7
Li	Lithium . . .	6.94	Yb	Ytterbium . .	173.5
Lu	Lutetium . . .	175	Zn	Zink	65.37
Mg	Magnesium . .	24.32	Zr	Zirkonium . .	90.6
Mn	Mangan . . .	54.93			

*) B. B. 54. Jahrg. A., S. 184; 1921.



Sachregister.

Druck von L. C. Wittich in Darmstadt.

